



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 356 809**

51 Int. Cl.:
C02F 5/00 (2006.01)
D21C 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02739705 .8**
96 Fecha de presentación : **05.06.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1392609**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.03.2004**

54 Título: **Procedimiento para inhibir las incrustaciones de sales de calcio.**

30 Prioridad: **06.06.2001 US 296316 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
13.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
13.04.2011

73 Titular/es: **DEQUEST AG.**
Bundesplatz 1
6300 Zug, CH

72 Inventor/es: **Thompson, Jacob, Owen;**
Verrett, Sheldon, Phillip;
Severtson, Steven, John y
Loy, Jeremy, E.

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 356 809 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

CAMPO DE LA INVENCION

5 La presente invención se refiere a procedimientos para inhibir la formación de incrustaciones en sistemas alcalinos acuosos de procedimientos de pulpeo químico. Más particularmente, la presente invención se refiere a procedimientos para inhibir la formación de incrustaciones en sistemas alcalinos acuosos de procedimientos de pulpeo químico.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 El papel es ampliamente usado en todo el mundo en comercios y en domicilios, y tiene diversos usos. Por tanto, la fabricación de pulpa se lleva a cabo a gran escala industrial en todo el mundo para producir cantidades suficientes de papel. En consecuencia, es altamente deseable que dichas operaciones de fabricación de pulpa se lleven a cabo de un modo rentable y eficaz con mínimo equipo de fabricación y mínimos periodos de eficacia reducida del equipo de fabricación de pulpa.

15 Las etapas básicas en la fabricación industrial de pulpa son convertir la fibra de la planta en astillas, convertir las astillas en pulpa, (opcionalmente) blanquear de la pulpa, lavar la pulpa y transformar la pulpa en pape adecuado que se pueda usar en productos de papel, tales como papel para escritura, papel para periódico y papel para documentos,

20 Normalmente se usan varios procedimientos de pulpeo químico en las operaciones para fabricar pulpa industrial. Procedimientos de pulpeo químico industrial con sustancias alcalinas incluyen los procesos Kraft (o sulfato), con soda y con sustancias alcalinas. El proceso Kraft fabrica las fibras más fuertes de cualquier procedimiento de producción de pulpa y es el procedimiento de producción de pulpa más usado, en parte debido a su eficiente procedimiento de recuperación de las sustancias químicas cocidas. Aunque la presente invención se puede aplicar a cualquiera de los procedimientos de pulpeo químico alcalino anteriores, es particularmente útil con el proceso Kraft y, como tal, el proceso Kraft se describe con más detalle a continuación.

25 Inicialmente, se recolectan los árboles adecuados, se descortezan y después se cortan para formar copos o astillas del tamaño adecuado. Estas astillas de madera se clasifican, eliminándose las astillas grandes y pequeñas. Las astillas de madera adecuadas restantes se cargan después en un digestor (que es un vaso o tanque en el que se introducen las astillas y una composición acuosa de digestión, dichos tanques se pueden diseñar para funcionar en modo discontinuo o continuo).

30 A modo de ilustración, en un digestor de tipo discontinuo, se bombean en el digestor astillas de madera y una mezcla de "licor negro débil", el licor que queda de un cocido previo en el digestor, y "licor blanco", una solución de hidróxido sódico y sulfuro de sodio, fresca o procedente de la planta de recuperación química. En el proceso de cocido, la lignina, que se une a la fibra de madera, se disuelve en el licor blanco formando pulpa y licor negro.

35 El digestor se sella y la composición del digestor se calienta hasta una temperatura de cocción adecuada a presión elevada. Después de un tiempo de cocción asignado a una temperatura y presión concretos (factor H) en el digestor, los contenidos del digestor (pulpa y licor negro) se transfieren a un tanque de almacenamiento temporal. La pulpa en el tanque de almacenamiento temporal se transfiere a los lavadores de pulpa sucia mientras que el líquido (licor negro formado en el digestor) es enviado al área de recuperación del licor negro, es decir evaporadores de licor negro. El licor negro se evapora hasta obtener un contenido rico en sólidos, normalmente 60-80% de sólidos, usando, por ejemplo, un evaporador de efecto múltiple. Cuanto mayor es el contenido en sólidos, más difícil es bombear el licor negro y el molino de pulpa tendrá más problemas de incrustaciones. Uno de los más molestos es las incrustaciones de carbonato cálcico que se forman en varias zonas del molino de pulpa, incluyendo el digestor, el área de evaporación del licor negro y el área de lavado de pulpa sucia.

45 La mayoría de los molinos de papel comerciales usan evaporadores de efecto múltiple (EEM) como los evaporadores de licor negro. Generalmente, estos evaporadores tienen una longitud que varía de cuatro a ocho efectos. Generalmente, las incrustaciones indeseables de carbonato cálcico sólo se producen en uno o dos efectos. Actualmente, la mayoría de los molinos no usan ningún inhibidor de incrustaciones sino que se enfrentan con el problema de las incrustaciones apagando la sección del evaporador del licor negro y eliminando las incrustaciones de carbonato cálcico con ácido caliente, es decir limpieza al ácido. Esta cocción con ácido caliente afecta de forma adversa a la producción de celulosa y es un problema porque el ácido usado es corrosivo para los tubos y el equipo del molino.

50 La cocción de Kraft es altamente alcalina, teniendo normalmente un pH de 10 a 14, más particularmente de 12 a 14. La composición del digestor contiene una gran cantidad de sulfuro de sodio que se usa como acelerante para incrementar la tasa de deslignificación de la cocción. Esto libera la lignina en las astillas de madera y, por tanto, la celulosa pasa a estar disponible como pulpa.

La combinación de las condiciones de operación en el proceso Kraft conduce a la formación y depósito de incrustaciones e incrementa la propensión a que se formen incrustaciones de carbonato cálcico, su depósito y adhesión a superficies metálicas y de otro tipo con las que entra en contacto. En estas condiciones del proceso, el calcio presente en el agua y blanqueado de la madera en el proceso Kraft puede reaccionar con el carbonato y produce una formación de incrustaciones bastante rápida con el depósito de incrustaciones de carbonato cálcico. Estas incrustaciones con frecuencia se depositan en el digestor, los tubos, los intercambiadores de calor etc., todos los cuales tienen superficies sobre las que se puede depositar y adherir el carbonato cálcico. Estos depósitos se acumulan con el tiempo y pueden tener como resultado apagados prematuros no deseables en etapas posteriores en la línea de fabricación de la pulpa para eliminar los depósitos de incrustaciones mediante lavado con ácido caliente.

Varias patentes y un artículo técnico divulgan problemas de formación de incrustaciones. In "An Effective Sequestrant For Use In Controlling Digester Scale," R.H. Windhager, Paper Trade Journal, pp. 42-44, 5 de noviembre, 1973, se divulga el uso de pequeñas cantidades de ácido monoaminometileno-fosfónico (ATMP) como inhibidor de la formación de incrustaciones de carbonato cálcico en un digestor para inhibir el depósito de incrustaciones del licor de cocción del digestor.

La patente de EE.UU. nº 4.799.995 (concedida a Druce K. Crump y col. el 24 de enero de 1989) divulga que la inhibición de las incrustaciones de calcio en condiciones que se encuentran en los digestores de pulpa se ha conseguido empleando mezclas de ácidos poliamino(polialquilenfosfónico) con tensioactivos no iónicos añadidos al licor de pulpa. Esta patente de EE.UU. también divulga que se dice los fosfonatos tales como nitrilotris(ácido metileno-fosfónico) ("NTMP" o "ATMP"), ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico ("HEDP") y 1-hidroxietano-1,1-difosfonato sódico ("NaHEDP") se han usado con frecuencia para controlar la formación de incrustaciones. No obstante, la patente '995 divulga que el uso de HEDP en el licor negro realmente estimulan la formación de incrustaciones y el uso de dietilentiaramina penta(ácido metileno-fosfónico) ("DTPMP") en el licor negro sin la presencia de un tensioactivo no iónico tenía como resultado únicamente una limitada reducción de incrustaciones. Aunque la patente '995 divulga el uso de tensioactivos no iónicos para mejorar la reducción de las incrustaciones, se prefiere evitar el uso de tensioactivos en los procedimientos de pulpeo químico, particularmente en el digestor. Las composiciones de la presente invención, cuando se añaden a un digestor para el procedimiento de pulpeo químico son eficaces en la inhibición de la formación de incrustaciones de sales de calcio en los procedimientos de pulpeo químico son la necesidad de un tensioactivo no iónico.

La patente canadiense nº 1.069.800 (Philip S. Davis y col., Jan. 15, 1980) divulga la adición de mezclas de organofosfatos, p. ej., ácido 1-hidroxietiliden-1,1-difosfónico (HEDP) con organofosfonatos-amino, por ejemplo ácido aminotri(metileno-fosfónico) (AMP), etilendiamina tetra(ácido metileno-fosfónico) (EDTPA) y hexametildiamina tetra(ácido metileno-fosfónico) (HMDTA), al licor negro para reducir la formación de incrustaciones de carbonato cálcico en un sistema evaporador de licor negro a un pH superior a 9. Esta patente también divulga que el uso de fosfonatos individuales (sencillos), en lugar de las mezclas divulgadas, no era eficaz a un pH superior a 9 para inhibir la cristalización de carbonato cálcico.

La patente de EE.UU. nº 4.851.490 (concedida a Fu Chen y col. el 25 de Julio de 1989) divulga polímeros solubles en agua que contienen funciones de fosfonato de hidroxialquilenaminoalquilenos que se dice que tienen utilidad como agentes de control de depósito eficaces en una serie de sistemas de agua, tales como refrigeradores, calderas, recubrimiento por conversión, procesamiento de papel y pulpa y depuradores de gas.

La patente de EE.UU. Nº 5.535.157 (concedida a Craig D. Iman y col. El 9 de julio de 1996) divulga un procedimiento para inhibir la formación, depósito y adherencia de sales formadoras de incrustaciones en aguas de proceso a un pH elevado utilizando fosfonatos de poliéter poliaminometileno. En la columna 4, líneas 35-51 de la misma, esta patente de EE.UU. divulga que inhibidores tales como HEDP y ATMP no son útiles como inhibidores de las incrustaciones en condiciones de pH alcalino.

La patente de EE.UU. nº 5.562.830 (concedida a Davor F. Zidovec y col. el 8 de octubre de 1996) divulga un procedimiento de inhibición de la corrosión y formación y depósito de incrustaciones en sistemas acuosos mediante la adición de una combinación de un ácido poliepoxisuccínico o sales del mismo y un ácido fosfonocarboxílico o sales del mismo.

La patente de EE.UU. Nº 552.018 (concedida a Johan Devenyns el 3 de septiembre de 1996) divulga un procedimiento en el que se emplea un peroxiácido para mejorar la selectividad de la deslignificación en una pulpa de papel química que ya ha sido sometida a un tratamiento deslignificante en presencia de reactivos químicos, es decir una cocción de Kraft. En este procedimiento los fosfonatos se divulgan como estabilizantes.

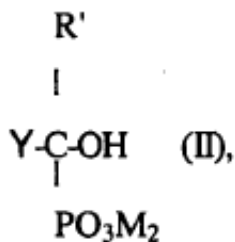
A pesar de las patentes y el artículo técnico mencionados con anterioridad, es muy deseable disponer de procedimientos y composiciones potenciados para inhibir la formación, depósito y adherencia de incrustaciones en superficies metálicas, particularmente en equipos de procesamiento de pulpeo químico comerciales.

SUMARIO DE LA INVENCION

5 Es un objeto de la presente invencion proporcionar un procedimiento para inhibir la formacion de incrustaciones de sales de calcio en procedimientos de pulpeo quimico que comprende añadir a la mezcla acuosa alcalina una cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de una composicion en el digester del procedimiento de pulpeo quimico, en el que la composicion comprende una cantidad inhibidora de incrustaciones eficaz de al menos un fosfonato seleccionado de compuestos que tienen la fórmula:



compuestos que tiene la fórmula:



10 Óxidos de amina de los fosfonatos de fórmula (I), 10

o mezclas de los mismos; en las que M se selecciona de forma independiente de hidrógeno, metal alcalino, metal alcalino-térreo o amoniac, X se selecciona de forma independiente de H, R o $-CH_2PO_3M_2$ en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquilo sustituido con $-NX_2$ que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 17 átomos de carbono y R' está opcionalmente ramificado y opcionalmente insaturado, e Y se selecciona de $-PO_3M_2$, H o R'; con la condición de que a) dicha composición inhibidora de incrustaciones no contenga un tensioactivo no iónico y b) de que cuando el fosfonato es sólo $N(CH_2PO_3M_2)_3$, la cantidad del fosfonato sobre una base de ácido activo está en el intervalo de aproximadamente 500 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso del licor total cargado en el digester.

20 Además, la invención proporciona un procedimiento para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio en un sistema acuoso en un proceso de pulpeo quimico que tiene una cantidad suficiente de cationes y aniones de calcio disponibles seleccionados de carbonato y sulfato para formar dichas incrustaciones de sales de calcio, que comprende mezclar una cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de una composición que contiene al menos un fosfonato con el sistema acuosos en el digester del proceso de pulpeo quimico mantenido en un intervalo de temperatura para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio, en el que al menos un fosfonato es como se ha definido con anterioridad.

DESCRIPCION DETALLADA DE LAS FIGURAS

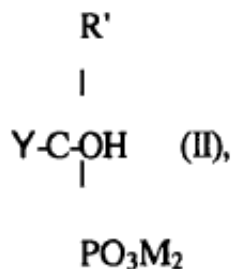
NO APLICABLE.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

30 Una primera forma de realización de la invención se refiere a un procedimiento para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio en procedimientos de pulpeo quimico que comprende añadir a la mezcla acuosa alcalina una cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de una composición que comprende al menos un fosfonato en el digester del procedimiento de pulpeo quimico, en el que la composición comprende al menos un fosfonato seleccionado de compuestos que tienen la fórmula:



35 compuestos que tiene la fórmula:



óxidos de amina de los fosfonatos de fórmula (I),

5 o mezclas de los mismos; en las que M se selecciona de forma independiente de hidrógeno, metal alcalino, metal alcalino-térreo o amoníaco, X se selecciona de forma independiente de H, R o $-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$ en las que R es un grupo alquilo o un grupo alquilo sustituido con $-\text{NX}_2$ que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 17 átomos de carbono y R' está opcionalmente ramificado y opcionalmente insaturado, e Y se selecciona de $-\text{PO}_3\text{M}_2$, H o R'; con la condición de que a) dicha composición inhibidora de incrustaciones no contenga un tensioactivo no iónico y b) de que cuando el fosfonato es sólo $\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)_3$, la cantidad del fosfonato sobre una base de ácido activo está en el intervalo de aproximadamente 500 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso del licor total cargado en el digestor.

10 En los fosfonatos de la invención, M es, preferentemente, hidrógeno o un metal alcalino, y el metal alcalino es, preferentemente, sodio y potasio, X es, preferentemente, R o $-\text{CH}_2\text{POM}_2$, Y es, preferentemente, $-\text{PO}_3\text{M}_2$, y R' es, preferentemente, un grupo alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono.

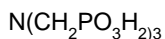
15 Ejemplos de fosfonatos adecuados incluyen, entre otros, los fosfonatos de la Tabla 1 a continuación. La Tabla 1 que figura a continuación proporciona fórmulas de fosfonatos representativos de las fórmulas (I) y (II). Los fosfonatos de la Tabla 1 están disponibles en Solutia Inc., 575 Maryville Centre Drive, St. Louis, MO con la marca comercial fosfonatos Dequest® y se identifican a través de su número de producto de fosfonato Dequest®.

Tabla 1

Nº de producto Dequest	Fórmula	X (o Y)	R (o R')	n	X'	M
2000	I	2 $-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	--	-		6H
2006	I	2 $-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	--	-		5 Na, 1 H
2010	II	$-\text{PO}_3\text{M}_2$	$-\text{CH}_3$	-		4H
2016	II	$-\text{PO}_3\text{M}_2$	$-\text{CH}_3$	-		4 Na
2041	I	1 R, 1 $-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	$-(\text{CH}_2)_n\text{NX}'_2$	2	$2-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	8H
2046	I	1 R, 1 $-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	$-(\text{CH}_2)_n\text{NX}'_2$	2	$2-\text{CCH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	5 Na, 3H
2054	I	1 R, 1 $-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	$-(\text{CH}_2)_n\text{NX}'_2$	6	$2-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	6 K, 2H
2060	I	2R	$-(\text{CH}_2)_n\text{NX}'_2$	2,2	$4-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	10 H
2066	I	2R	$-(\text{CH}_2)_n\text{NX}'_2$	2,2	$4-\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$	7 Na, 3H

20 Las fórmulas y los correspondientes nombres de los fosfonatos Dequest enumerados en la tabla 2 se muestran a continuación.

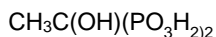
Dequest 2000-amino-tris (ácido metilénfosfónico)



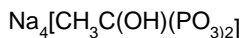
Dequest 2006-sal de sodio de amino-tris (ácido metilénfosfónico)

25 $\text{Na}_5\text{H}[\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3)_3]$

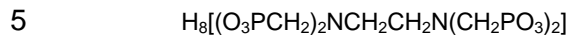
Dequest 2010-1-hidroxietiliden(ácido 1,1-difosfónico)



Dequest 2016 -1-sal de sodio de 1-hidroxiethyliden(ácido 1,1-difosfónico)



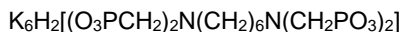
Dequest 2041-etilendiamina tetra(ácido metilfosfónico)



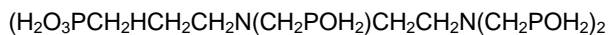
Dequest 2046- sal pentasódica de etilendiamina tetra(ácido metilfosfónico)



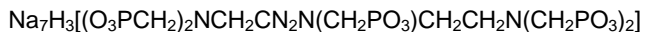
Dequest 2054 –Sal de potasio de ácido [1,6-hexanodilbis[nitrilobis(metilen)]]tetrakis-fosfónico,



10 Dequest 2060-dietilentriammina-penta (ácido metilfosfónico)



Dequest 2066-sal de sodio de dietilentriammina-penta(ácido metilfosfónico)



15 Otro fosfonato preferido de fórmula (I) es el compuesto N,N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina-hexa(ácido metilfosfónico), o una sal del mismo, en el que la sale es de sodio, potasio, amoníaco y similares. Cuando el compuesto es la sal de sodio, el compuesto tiene la fórmula $\text{Na}_x\text{H}_y[(\text{O}_3\text{PCH}_2\text{HNCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{H})_2]$; en la que $x + y$ es 12 y en el presente documento se designa como 4NHMP. Este compuesto se puede preparar de acuerdo con el procedimiento divulgado en el Ejemplo 1 de la patente de EE.UU. nº 5.261.491, que se incorpora en el presente documento por referencia.

20 Un fosfonato preferido de fórmula (I) es un fosfonato en el que al menos uno de X es R y R es $(\text{CH}_2)_n\text{NX}'_2$, en la que n es un número entero de 2 a 6, preferentemente de 2 a 4, y X' se selecciona de forma independiente de R o $\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$. Otro fosfonato preferido de fórmula (I) es un fosfonato en el que cada X es R y R es $(\text{CH}_2)_n\text{NX}'_2$, en la que n es un número entero de 2 a 6, preferentemente de 2 a 4, y X' se selecciona de forma independiente de R o $\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2$. Un fosfonato más preferido de fórmula (I) es un fosfonato seleccionado de: $(\text{M}_2\text{O}_3\text{PCH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)_2$ o $(\text{M}_2\text{O}_3\text{PCH}_2)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)_2$.

25 Un fosfonato preferido de fórmula (II) es un fosfonato en el que Y es PO_3M_2 y R es alquilo de 1 a 5 carbonos. Un fosfonato más preferido de fórmula (II) es un fosfonato en el que Y es PO_3M_2 y R es metilo.

Un óxido de amina preferido de los fosfonatos de fórmula (I) es $\text{O}^-\leftarrow\text{N}-(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)_3$.

30 De acuerdo con la invención se pueden usar mezclas de al menos dos fosfonatos seleccionados de forma independiente de los fosfonatos de las fórmulas (I), (II) y (III). Actualmente se prefiere usar una mezcla de dos fosfonatos, siendo más preferida una mezcla de un fosfonato de fórmula (I) con un fosfonato de fórmula (I) o de fórmula (II), siendo la más preferida una mezcla de dos fosfonatos de fórmula (I). La composición de las mezclas puede variar en un amplio intervalo, en el que el porcentaje de cada componente varía ampliamente de 1 a 99% en peso, siempre que cada fosfonato esté presente en una cantidad de al menos aproximadamente 1% en peso. Preferentemente, cada fosfonato está presente en una cantidad de al menos aproximadamente 10% en peso. En el caso de una mezcla de dos componentes, cada fosfonato está presente, preferentemente, en una cantidad de aproximadamente 10 a aproximadamente 90% en peso, y más preferentemente en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 80% en peso. Se preparó para someter a ensayo una serie de mezclas de fosfonatos que pueden usarse de acuerdo con la invención. Las mezclas se prepararon en forma de concentrados que tenían un 30% de contenido total del ácido activo y después se diluyeron hasta la concentración deseada para usar. Estas mezclas (como se describe más adelante) se sometieron a ensayo en forma de inhibidores de las incrustaciones de sales de calcio en una cocción simulada de Kraft de acuerdo con el procedimiento descrito en los Ejemplos. A continuación, en la tabla 2 se muestran las proporciones en peso de estas diversas mezclas.

Tabla 2

Nº DE PRODUCTO- MEZCLA DE FOSFONATOS	MEZCLA DE FOSFONATOS	PROPORCIÓN EN PESO DE LOS RESPECTIVOS FOSFONATOS EN LA MEZCLA
Producto 78	D2006/D2066	50/50
Producto 79	D2000/D2054	50/50
Producto 80	D2006/4NHMP	50/50
Producto 81	02010/02066A	50/50
Producto 82	D2010/D2054	50/50
Producto 83A	02016/4NHMP	70/30 ¹
Producto 83B	D2016/4NHMP	25/75 ¹
Producto 84	D2054/4NHMP	50/50
Producto 85	D2010/D2000	50/50
Producto 86	4NHMP/D2066A	50/50
Producto 87	D2054/D2066A	50/50

(Cont.)

Nº DE PRODUCTO- MEZCLA DE FOSFONATOS	MEZCLA DE FOSFONATOS	PROPORCIÓN EN PESO DE LOS RESPECTIVOS FOSFONATOS EN LA MEZCLA
Producto 94	D2046/D2006	50/50
Producto 95	D2046/D2016	60/40
Producto 96	D2046/D2054	60/40
Producto 97	D2046/D2066A	50/50
Producto 98	D2046/4NHMP	60/40
¹ Un concentrado de mezcla 50/50 que tiene 30% del contenido total del ácido activo no permanece homogéneo.		

5 Las mezclas preferidas para usar en la invención son mezclas de un fosfonato seleccionado de N,N'-bis(3-aminopropil) etilendiamina-hexa(ácido metilfosfónico), [1,6-hexanodilbis[nitrilobis(metilen)]]tetrakis-ácido fosfónico, etilendiamina tetra (ácido metilfosfónico), dietilentriamino-penta(ácido metilfosfónico), o sales de los mismos, con un fosfonato seleccionado de los fosfonatos de fórmulas (I) o (II) Más preferidas son las mezclas de fosfonatos seleccionados de N,N'-bis(3-aminopropil) etilendiamina-hexa(ácido metilfosfónico), [1,6-hexanodilbis[nitrilobis(metilen)]]tetrakis-ácido fosfónico, etilendiamina tetra (ácido metilfosfónico), dietilentriamino-penta(ácido metilfosfónico), o sales de los mismos, con otro fosfonato seleccionado de los fosfonatos de fórmulas (I) y mezclas de N,N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina-hexa(ácido metilfosfónico), o sales del mismo, con un fosfonato seleccionado de los fosfonatos de fórmula (II).

15 Una cantidad eficaz de fosfonato o mezclas de fosfonatos se emplea en la fabricación y el uso de la composición inhibidora de incrustaciones de la presente invención. Dicha cantidad eficaz depende del(los) fosfonato(s) concreto(s) empleados en la práctica de la presente invención y de otros factores, incluidos, entre otros, la composición del digestor, las condiciones de operación (es decir, factor H) del digestor, la composición y las condiciones de operación en el área de lavado de pulpa sucia y el área de recuperación del licor negro, así como de otros factores y condiciones conocidos para los expertos en la técnica. La selección de la cantidad eficaz de fosfonato será fácilmente evidente para un experto en la técnica después de leer esta especificación.

20 La composición inhibidora de incrustaciones de la invención incluye, entre otros, al menos un fosfonato de

fórmula (I), al menos un fosfonato de fórmula (II), al menos un óxido de amina de un fosfonato de fórmula (I), una mezcla de al menos dos fosfonatos de fórmula (I), una mezcla de al menos un fosfonato de fórmula (I) o un óxido de amina de un fosfonato de fórmula (I) y al menos un fosfonato de fórmula (II), una mezcla de al menos un fosfonato de fórmula (I) y al menos un óxido de amina de un fosfonato de fórmula (I) o una mezcla de al menos dos fosfonatos de fórmula (II).

5

Preferentemente, la composición inhibidora de incrustaciones de la invención es al menos un fosfonato de fórmula (I), una mezcla de al menos dos fosfonatos de fórmula (I) o una mezcla de al menos un fosfonato de fórmula (I) y al menos un fosfonato de fórmula (II).

10

Cuando la composición inhibidora de incrustaciones de la invención es al menos un fosfonato de fórmula (I), el(los) fosfonato(s) y la cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de cada uno es la siguiente.

Como se usa en la presente memoria descriptiva, el nivel de uso en ppm del inhibidor de incrustaciones se basa en el peso del licor total cargado con el licor que se ha supuesto que tiene una densidad de 1 g/ml.

15

Cuando el fosfonato es únicamente $N(CH_2PO_3M_2)_3$, la cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 500 a aproximadamente 1000 ppm y, preferentemente, aproximadamente 600 a aproximadamente 800 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

Cuando el fosfonato es únicamente $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 500 ppm y más preferentemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

20

Cuando el fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad eficaz del fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 150 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 200 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

25

Cuando el fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad eficaz del fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 40 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

Cuando el fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad eficaz del fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

30

Los fosfonatos preferidos de fórmula (I) son $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, más preferentemente $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y más preferentemente $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$.

35

Cuando la composición inhibidora de incrustaciones de la invención es al menos un fosfonato de fórmula (II), el fosfonato es, preferentemente, $CH_3C(OH)(PO_3M_2)_2$ y la cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 200 ppm, preferentemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 100 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

40

Cuando la composición inhibidora de incrustaciones de la invención es al menos un óxido de amina de un fosfonato de fórmula (I), la cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones del óxido de amina es la cantidad de una base de ácido activo que es equivalente a la cantidad eficaz del correspondiente fosfonato de fórmula (I).

Cuando la composición inhibidora de incrustaciones de la invención es una mezcla de al menos dos fosfonatos de fórmula (I), el(los) fosfonato(s) y la cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de cada uno es la siguiente.

45

Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, el segundo fosfonato se selecciona, preferentemente, de $N(CH_2PO_3M_2)_3$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$. Cuando el segundo fosfonato es la cantidad de la mezcla en base de un ácido activo es aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 200 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor. Cuando el segundo fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor. Cuando el segundo fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 80 a aproximadamente 1000 ppm,

50

preferentemente de aproximadamente 300 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor. Cuando el segundo fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

5

Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, el segundo fosfonato se selecciona, preferentemente, de $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $N(CH_2PO_3M_2)_3$. Cuando el segundo fosfonato es $M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(CH_2PO_3M_2)_3$, la cantidad de la mezcla en base de un ácido activo es aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor. Cuando el segundo fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 40 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

10

Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ y el segundo fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 100 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

15

Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ y el segundo fosfonato es $N(CH_2PO_3M_2)_3$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 100 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 500 a aproximadamente 600 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

20

Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y el segundo fosfonato es $N(CH_2PO_3M_2)_3$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 150 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

25

Las mezclas preferidas de al menos dos fosfonatos de fórmula (I) son mezclas de $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ con $N(CH_2PO_3M_2)_3$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ o mezclas de $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ con $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $N(CH_2PO_3M_2)_3$.

30

Las mezclas más preferidas de al menos dos fosfonatos de fórmula (I) son mezclas de $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ con $N(CH_2PO_3M_2)_3$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$.

35

Cuando la composición inhibidora de incrustaciones de la invención es una mezcla de al menos un fosfonato de fórmula (I) y al menos un fosfonato de fórmula (II), el(los) fosfonato(s) y la cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de cada uno es la siguiente.

Cuando la mezcla es una mezcla de un primer fosfonato de fórmula $N(CH_2PO_3M_2)_3$ y el segundo fosfonato de fórmula $CH_3C(OH)(PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 500 ppm, preferentemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 300 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

40

Mezclas preferidas son mezclas de un primer fosfonato seleccionado de $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$, y un Segundo fosfonato seleccionado de $CH_3C(OH)(PO_3M_2)_2$.

45

Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor. Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 500 ppm, preferentemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 150 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor. Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$, la cantidad de la mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 150 ppm, preferentemente de aproximadamente 40 a aproximadamente 80 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor. Cuando el primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N$

55

$(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)_2$, la cantidad eficaz del fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm, preferentemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 500 ppm, en base al peso de licor total cargado en el digestor.

5 Las mezclas más preferidas de al menos un fosfonato de fórmula (I) y al menos un fosfonato de fórmula (II) son mezclas de $(\text{M}_2\text{O}_3\text{PCH}_2)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{M}_2)_2$ y $\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})(\text{PO}_3\text{M}_2)_2$.

10 Todavía más de acuerdo con la invención, la invención es también un procedimiento para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio en un sistema acuoso en un proceso de pulpeo químico que tiene una cantidad suficiente de cationes y aniones de calcio disponibles seleccionados de carbonato y sulfato susceptibles de formar dichas incrustaciones de sales de calcio, que comprende mezclar una cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de una composición que comprende al menos un fosfonato con el sistema acuoso en el digestor del proceso de pulpeo químico mantenido en un intervalo de temperatura de aproximadamente 110°C a aproximadamente 180°C, preferentemente de aproximadamente 150°C a aproximadamente 175°C, para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio, en el que al menos un fosfonato es como se ha descrito con anterioridad.

15 En la práctica del procedimiento de la presente invención en un procedimiento de pulpeo químico, p, ej., un proceso Kraft, la composición de fosfonato acuoso de la invención se mezcla con una composición acuosa alcalina en el digestor. La composición de fosfonato acuoso de la invención se puede añadir al digestor usando cualquier medio convencional conocido para los expertos en la técnica. Además, la composición de fosfonato acuoso de la invención se puede añadir directamente en la composición del digestor o se puede introducir en una de las composiciones de alimentación acuosas que se cargan en el digestor antes de la carga de dicha composición de alimentación acuosa. El pH en el digestor de un procedimiento de pulpeo químico alcalino es al menos 9. en el caso de un proceso Kraft, el pH en el digestor es, preferentemente, de aproximadamente 10 a aproximadamente 14, y más preferentemente de aproximadamente 12 a aproximadamente 14. La composición de fosfonato acuoso de la invención se puede añadir en un digestor en modo discontinuo de cualquier modo convencional conocido para el experto en la técnica. Por ejemplo, en una operación del digestor en modo discontinuo, la adición de la composición de fosfonato acuoso de la invención puede ser una adición en masa al principio del ciclo de cocción en el digestor o durante el ciclo de cocción del digestor, o se puede añadir en cargas múltiples a lo largo del ciclo de digestión o continuamente a lo largo del ciclo de cocción del digestor. Actualmente se prefiere añadir la composición de fosfonato acuoso de la invención en forma de una carga en masa al principio, o cerca del principio, del ciclo de cocción del digestor. En el caso de una operación continua en el digestor, la adición de la composición de fosfonato acuoso de la invención normalmente se añadirá de forma continua para mantener la concentración eficaz del fosfonato.

20 La cantidad de una composición inhibidora de incrustaciones de la presente invención empleada es una cantidad eficaz que es la cantidad que es suficiente para proporcionar una concentración eficaz de fosfonato inhibidora de incrustaciones en el digestor en el tiempo a la que la formación, depósito y adherencia de las incrustaciones de sales de calcio, particularmente incrustaciones de carbonato de calcio o sulfato de calcio, se inhiben de forma satisfactoria en el digestor, los lavadores de pulpa sucia y/o el área de recuperación de licor negro. Un experto en la técnica que use la presente invención conocerá el nivel aceptable de incrustaciones de sales de calcio en el digestor, el área de lavado de pulpa sucia y el área de recuperación de licor negro de la instalación concreta de pulpeo químico y podrá seleccionar con facilidad un fosfonato adecuado y una concentración adecuada para añadir al digestor con el fin de alcanzar la deseada inhibición de incrustaciones durante el tiempo requerido sobre la base de la divulgación de esta especificación. Será evidente para los expertos en la técnica, tras leer esta especificación, que muchos factores del tipo de los que se han mencionado en la presente memoria y de otro tipo 25 determinarán la cantidad de fosfonato de la invención necesaria para alcanzar la inhibición deseada. La determinación de estas cantidades entra dentro de la capacidad del experto en este campo sin experimentación indebida y considerando las instrucciones proporcionadas en la presente memoria descriptiva.

30 Una segunda forma de realización de la invención se refiere a un procedimiento para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio en un sistema acuoso en un determinado procedimiento de pulpeo químico, que comprende (a) identificar la capacidad de inhibición de las incrustaciones de sales de calcio requerida por el procedimiento seleccionado de pulpeo químico sobre la base de las condiciones de funcionamiento del procedimiento de tiempo, temperatura y presión, y la composición acuosa del digestor, (b) seleccionar la composición de fosfonato adecuada y la concentración de uso de fosfonato para inhibir de forma eficaz la formación de incrustaciones de sales de calcio en el procedimiento seleccionado de pulpeo químico cuando el fosfonato se mezcla con la composición acuosa del digestor en el procedimiento de pulpeo químico seleccionado basado en la etapa (a) y los perfiles de inhibición de incrustaciones de sales de calcio de la concentración de fosfonato y la temperatura del procedimiento en función del tiempo para las composiciones de fosfonato mezcladas con la composición acuosa del digestor en un digestor del procedimiento de pulpeo químico y (c) mezclar la composición seleccionada de fosfonato con la composición acuosa del digestor en el procedimiento de pulpeo químico

seleccionado durante la etapa de digestión del procedimiento de pulpeo químico; en el que la composición de fosfonato seleccionada es como se ha definido con anterioridad para la presente invención.

Una tercera forma de realización de la invención se refiere a un procedimiento para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio en un sistema acuoso en un determinado procedimiento de pulpeo químico, que comprende (a) determinar los perfiles de inhibición de las incrustaciones de sales de calcio de la concentración de fosfonato y la temperatura del procedimiento en función del tiempo para las composiciones de fosfonato mezcladas con la composición acuosa del digestor en un digestor del procedimiento de pulpeo químico, (b) identificar la capacidad de inhibición de las incrustaciones de sales de calcio requerida por el procedimiento seleccionado de pulpeo químico sobre la base de las condiciones de funcionamiento del procedimiento de tiempo, temperatura y presión, y la composición acuosa del digestor, (c) seleccionar la composición de fosfonato adecuada y la concentración de uso de fosfonato para inhibir con eficacia la formación de incrustaciones de sales de calcio en el procedimiento seleccionado de pulpeo químico cuando el fosfonato se mezcla con la composición acuosa del digestor en el procedimiento seleccionado de pulpeo químico basado en las etapas (a) y (b), y (d) mezclar la composición seleccionada de fosfonato con la composición acuosa del digestor en el procedimiento de pulpeo químico seleccionado durante la etapa de digestión del procedimiento de pulpeo químico; en el que la composición de fosfonato seleccionada es como se ha definido con anterioridad para la presente invención.

En las segunda y tercera forma de realización de la invención, los perfiles de inhibición de incrustaciones de sales de calcio y la temperatura del procedimiento en función del tiempo para las composiciones de fosfonato mezcladas con la composición acuosa del digestor en un digestor de procedimiento de pulpeo químico se pueden determinar realizando experimentos de laboratorio, tal como los descritos en la presente memoria descriptiva, o realizando ensayos a mayor escala. Dado que cada procedimiento de pulpeo químico variará en función del tipo de madera que se esté procesando, las condiciones de funcionamiento específicas usadas, la composición en el digestor y similares, el fosfonato específico o mezcla de fosfonatos y su concentración de uso requerida necesaria para alcanzar la inhibición de incrustaciones deseadas dependerá del procedimiento específico de pulpeo químico. Utilizando los perfiles de inhibición de incrustaciones de sales de calcio junto con la capacidad de inhibición de incrustaciones de sales de calcio requerida por el procedimiento de pulpeo químico seleccionado basado en sus condiciones de funcionamiento del procedimiento de tiempo, temperatura y presión, y la composición acuosa del digestor, un experto en la técnica puede seleccionar la composición de fosfato adecuada y la concentración de uso de fosfonato para inhibir con eficacia la formación de incrustaciones de sales de calcio en el procedimiento seleccionado de pulpeo químico cuando el fosfonato se mezcla con la composición acuosa del digestor en el procedimiento seleccionado de pulpeo químico.

La invención se describe de forma adicional en los ejemplos siguientes, que no se pretende que limiten o restrinjan la invención. A menos que se indique lo contrario, todas las cantidades se expresan en peso

EJEMPLOS

En los ejemplos siguientes se empleó un ensayo de cocción de Kraft e ilustra el uso de las composiciones de la presente invención en el procedimiento de la presente invención. Al llevar a cabo estos ensayos se tomaron muestras de una composición del digestor a tiempos seleccionados durante la cocción. La concentración de calcio total y del calcio inhibido se determinó de forma analítica usando Espectroscopia de Absorción Atómica (AA). Se siguió el procedimiento general que se describe a continuación. De forma adicional, en general, los ensayos se llevaron a cabo a niveles del inhibidor de 10, 50, 100 y 500 partes pro millón (ppm) de ácido activo basado en la cantidad de licor total cargado en el digestor, para cada composición de fosfonato sometida a ensayo, y también sin inhibidor presente.

Como se usa en la presente memoria descriptiva, el nivel de ácido activo es la cantidad de ácido libre que es equimolar con la cantidad de fosfonato que se añadió realmente. A menos que se especifique lo contrario, el uso de "%" se expresa en base al peso.

ENSAYO DE COCCIÓN DE KRAFT

En la presente memoria descriptiva se desarrolló el ensayo de cocción de Kraft para calcular el funcionamiento de la inhibición de incrustaciones de las composiciones de la presente invención en una composición simulada en el digestor, en el que se extrae lentamente el calcio de las astillas de madera que se introduce en el sistema de Kraft. El ensayo fue una cocción de Kraft estándar con una proporción entre el licor y la madera de 5:1 en un digestor de laboratorio minimolino de MK Systems Inc. La temperatura de la composición acuosa del digestor se elevó desde la temperatura ambiente hasta 180°C en una hora y después se mantuvo a 180°C durante de una a dos horas adicionales. Las muestras se tomaron del digestor usando un extractor enfriado en líquido a varios intervalos de tiempo a presión y temperatura altas durante la cocción para monitorizar las concentraciones de calcio mediante AA tal como se ha descrito en la sección "Monitorización de la liberación de calcio durante la cocción de Kraft" que se expone más adelante.

Secado de las astillas de madera:

Astillas de madera de pino se pasaron a través de una pantalla con ranura de 12,5 mm, retirando las agujas pequeñas.

5 Las astillas se clasificaron a mano para eliminar toda la corteza o los nudos y las astillas de madera se secaron a 110°C durante 12 horas. Esto se realizó con el fin de reducir la variabilidad con humedad y extractivos. Las astillas de madera se almacenaron en un contenedor con desecante y se dejaron enfriar hasta la temperatura ambiente.

Preparación de Licor blanco/Carga del digestor

10 Se preparó una proporción de licor y madera de 5:1 con 18,5% de álcali efectivo, que tenía una sulfidez del 25% y 5 gramos por litro de carbonato sódico. El carbonato sódico introducido en el licor blanco era representativo del que normalmente se encuentra en el procedimiento de recuperación en un molino de Kraft.

La carga de fosfonato empleado se basó en el peso del licor total cargado en el digestor, dando los ppm equivalentes deseados de ácido activo en el digestor.

15 Se preparó licor blanco de acuerdo con el procedimiento siguiente. Aproximadamente 2 litros de agua doble-desionizada a un matraz aforado de 4 litros. Al matraz de 4 litros se añadieron 322,99 g de hidróxido sódico al 50%, 163,76 g de $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y 20,0 g de carbonato sódico anhidro y se disolvieron, se añadió suficiente inhibidor para alcanzar la concentración deseada, y se añadió agua doble-desionizada para llenar hasta la marca.

Antes de realizar el ensayo, se limpió el digestor con ácido usando una solución de ácido sulfúrico al 10% para eliminar cualquier depósito existente. Después de limpiar con ácido, el digestor se lavó con agua destilada.

20 Se añadieron 800 gramos de astillas de madera de pino, preparadas como se ha descrito con anterioridad, en el tanque de almacenamiento de astillas de madera. Se transfirieron el licor blanco (4 l) y las astillas de madera al digestor y se registraron la temperatura inicial y el tiempo.

Monitorización de la liberación de calcio durante la cocción de Kraft:

Se tomó una muestra de 5 ml para análisis AA y se inició la secuencia de calentamiento en el digestor.

25 (El análisis AA se realiza mediante absorción atómica mediante fotometría de llama usando un espectrómetro modelo 100 de Perkin Elmer; véase, en general, Instrumental Methods of Analysis, Hobart H. Willard, Lynn L. Merritt, Jr.; John A Dean, 4ª Edición, D. Van Nostrand Company, Inc. August 1965)

30 Cuantitativamente, un mililitro (ml) de la muestra se transfirió a un tubo de centrífuga con 5 ml de solución de HCl al 4% y se usó AA para determinar el contenido en calcio de la muestra, es decir el calcio total. El resto de la muestra se extrajo en una jeringa de 10 ml y se filtró a través de un filtro de jeringa de 0,45 μm . Cuantitativamente, un ml del filtrado se transfirió a un tubo de centrífuga con 5 ml de solución de HCl al 4% y se usó AA para determinar el contenido en calcio del filtrado, es decir el calcio inhibido.

35 Cada 15 minutos durante todo el ensayo, por ejemplo aproximadamente 2-4 horas, se purgó el licor en la línea de condensación, se realizó una medición de la temperatura y se extrajo una muestra de 5 ml del licor. Después se repitió el procedimiento de análisis AA tal como se ha descrito con anterioridad. Al final del ensayo, los datos sobre el contenido de calcio y la temperatura se representaron gráficamente frente al tiempo.

Cada ejemplo siguiente se llevó a cabo de acuerdo con el procedimiento general citado con anterioridad. En la mayoría de los ejemplos se analizaron los fosfonatos a cuatro niveles de concentración. Todos los niveles se proporcionan en partes por millón de fosfonato en base al ácido activo en peso del licor total.

40 Excepto lo especificado en la presente memoria descriptiva, las sustancias químicas usadas en los ejemplos se obtuvieron en Fisher Scientific. Los fosfonatos Dequest, usados individualmente y en mezclas en los ejemplos, se obtuvieron en Solutia Inc. (St. Louis, MO). Se preparó 4NHMP de acuerdo con el procedimiento descrito en la presente memoria descriptiva.

45 Las tablas 3-96 a continuación en la presente memoria descriptiva proporcionan los datos de una serie de ciclos de ensayos realizados en el digestor a varios niveles de fosfonatos y mezclas de fosfonatos.

El fosfonato o mezcla sometida a ensayo se identifican por el nombre del producto (como se define en las Tablas 1 y 2 en la presente memoria descriptiva) en la cabecera de cada Tabla siguiente. La temperatura se expresa en grados centígrados. Las partes por millón (ppm) de calcio está en partes por millón en peso en base al licor total.

Ejemplo 1

Dequest 2006 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 4-7 a continuación. Además se realizó un experimento control sin añadir inhibidor y los resultados se proporcionan más adelante en la Tabla 3. Los datos en la Tabla 3 se pueden usar como control para los Ejemplos 1-8.

5

Tabla 3- Cocción de Kraft sin inhibidor

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	17,1	16,6	88
30	37,4	36	133
45	19,4	15	168
60	4,6	2,5	180
75	1,6	0,8	180
90	0,4	0	180
105	0	0	180

TABLA 4 -500 ppm Dequest 2006

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	20,6	20,9	82
30	37,8	38,2	132
45	53	53	170
60	61,8	59,7	180
75	68,5	66,4	180
90	71,2	71,9	180
105	72,6	71,7	180
120	70,9	64,8	180
150	47,4	47,5	180
180	30,7	31,4	180
240	32,8	22,1	180

TABLA 5 -100 ppm Dequest 2006

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	19,4	19,9	86

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
30	36,8	36,2	130
45	49,4	48,5	170
60	61,1	55,3	180
75	60,9	58,9	180
90	22,8	17,4	180
105	12,5	14,	180
120	12	10,7	180
135	9,8	9,5	180
150	6,8	8	180
180	6,6	7	180

TABLA 6 -50 ppm Dequest 2006

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	15	14,9	84
30	29,1	29	132
45	39,2	37,6	171
60	54,4	51	180
75	46,2	39,1	180
90	21,9	16,4	180
105	15,4	13,7	180
120	11,8	11,1	180
135	9,2	9,2	180
150	8,9	7,6	180
180	7,6	6,8	180

TABLA 7 -10 ppm Dequest 2006

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	10,1	10,1	88
30	22,7	22,1	134
45	34,5	32,3	174
60	25	13,1	180
75	13,4	5,7	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	8,1	5	180
105	6,9	4,7	180
120	6,1	4,4	180

5 Los datos del Ejemplo 1 demuestran que un nivel de uso de 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con niveles de uso menores o sin el uso de inhibidor. Los datos también sugieren que un intervalo de uso de Dequest 2000 y Dequest 2006 de aproximadamente 500 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 2

10 Dequest 2016 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 8-11 a continuación.

TABLA 8 -500 ppm Dequest 2016

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	13,3	13,2	90
30	12,2	6,4	138
45	4,7	3,7	172
60	4,3	4	180
75	5,1	5	180
90	5,5	5,2	180
120	5,5	6,2	180
240	6,5	7,2	180

TABLA 9 -100 ppm Dequest 2016

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
-----------------	-------------------	----------------------	-------------

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	12,2	11,9	81
30	22,9	22,4	131
45	32,2	32,7	169
60	44	43,9	180
75	54,1	54,7	180
90	59	57,5	180

15

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	57,9	55,4	180
120	56,4	56,7	180
135	52	48,9	180
150	51,2	48,2	180
180	25,4	21,8	180

TABLA 10 -50 ppm Dequest 2016

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	13,9	13,3	80
30	28,5	27,7	131
45	40,9	40,7	165
60	64,6	63,3	180
75	80,5	80,6	180
90	85,7	85,9	180
105	89,6	87,9	180
120	88,5	87,8	180
150	84,5	84	180

TABLA 11 -10 ppm Dequest 2016

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	8,7	8,1	82

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
30	18,9	18,3	130
45	33,4	32,8	162
60	42	41,7	180
75	39,6	38,4	180
90	22,5	16,8	180
105	13	8,5	180
120	10	6,4	180
135	7,9	5,4	180

5

Los datos del Ejemplo 2 demuestran que los niveles de uso de 100 y 50 ppm proporcionaban una mejora significativa en la inhibición de calcio en comparación con los niveles de uso de 10 y 500 ppm o sin usar inhibidor.

Los datos de este ejemplo sugieren que un intervalo de uso de Dequest 2010 y Dequest 2016 de aproximadamente 20 a aproximadamente 200 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 3

5 Dequest 2054 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 12-15 a continuación.

TABLA 12 -500 ppm Dequest 2054

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	13,4	13,9	82
30	27,8	27,4	120
45	42,8	42,5	160
60	52,5	51	180
75	62,9	61,3	180
90	69,1	67,5	180
105	69,6	69,8	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
120	70,5	69,2	180
150	67,9	67,2	180
180	65,2	64,9	180
240	58,7	57,4	180

10

TABLA 13 -100 ppm Dequest 2054

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	9,6	9	88
30	18,8	19,1	133
45	32,5	32,1	168
60	47,6	45,8	180
75	61,8	61,8	180
90	66,1	57	180
105	68,9	67,2	180
120	64,6	64,9	180
135	61,2	60,6	180
150	51,3	50,5	180
180	27,5	26,9	180

TABLA 14 -50 ppm Dequest 2054

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	16,2	16,1	82
30	30	29,3	128
45	41,9	41,5	160
60	61,1	57,8	184
75	66,2	63,4	180
90	56,9	47	180
105	27,1	20,6	180
120	14,8	11,1	180
135	10,6	9	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
150	7,5	7,3	180
180	5,3	5,3	180

5

TABLA 15 -10 ppm Dequest 2054

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0,9	0,5	25
15	12,3	12,1	82
30	26,5	26,5	128
45	40,3	37,8	160
60	38,2	34,5	184
75	15,3	10,9	180
90	8,4	7,9	180
105	6	5,6	180
120	4,5	4,1	180
135	3,5	3,5	180
150	2,7	2,5	180
180	2,5	1,5	180

Los datos del Ejemplo 3 demuestran que un nivel de uso de 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con niveles de uso de 10, 50 y 100 ppm o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que un intervalo de uso de Dequest de aproximadamente 150 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

10

Ejemplo 4

Dequest 2060S se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 16-18 a continuación.

TABLA 16 -100 ppm Dequest 2060S

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	1,2	0,6	90
30	9,3	8,7	139
45	25,7	26,3	174
60	39,7	40,3	180
75	56,1	55,5	189
90	65,4	63,1	186
105	68,9	60,2	182
120	76	74,2	180
150	74,2	63,1	180
180	53,2	45,6	180

5

TABLA 17 -50 ppm Dequest 2060S

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	4,4	4	82
30	20	19	134
45	41	38,8	165
60	61,5	60,5	180
75	82,7	74,7	180
90	91,3	84,2	180
105	88,8	85,6	180
120	87	78,9	180
150	71,4	67,6	180
180	50,6	41	180

TABLA 18 -10 ppm Dequest 2060S

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	7,2	3,9	79

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
30	21,3	19,9	134
45	41,2	41,2	176
60	64	60,5	180
75	70,9	70	180
90	61	59,2	180
105	52	51,2	180
120	42,6	38,4	180

5 Los datos del ejemplo 4 demuestran que niveles de uso de 50 y 100 ppm proporcionaban una mejora significativa en la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm o sin usar inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que un intervalo de uso de Dequest 2060S de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz para inhibir las incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 5

Dequest 2066 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se proporcionan en las Tablas 19-22 siguientes.

TABLA 19 -500 ppm Dequest 2066

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	21,3	21,2	84
30	36,6	36,6	134
45	52,5	51,4	170
60	62,8	62,2	180
75	70	69	180
90	72,8	72,8	180
105	75,2	75,3	180
120	76,7	76,7	180
150	76	75,3	180
180	74,3	74,3	180
240	69,8	68,5	180

10

TABLA 20 -100 ppm Dequest 2066

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	15,9	15,4	86
30	30,4	29,4	130
45	40,8	40,8	168

ES 2 356 809 T3

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
60	53,8	52,8	180
75	60,1	59,9	180
90	63,4	60,3	180
105	59,4	57,2	180
120	63	61,7	180
135	58,2	56,2	180
150	55	43,4	180
180	40,9	39,2	180

TABLA 21 50 ppm Dequest 2066

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	17	16,7	84
30	33,9	32,8	130
45	48,8	48,2	171
60	62,2	60,2	180
75	73,8	65	180
90	76,9	67,4	180
105	75,5	65,7	180
120	70,8	67,2	180
135	65,7	64	180
150	61,1	60,1	180
180	43,8	37,9	180

TABLA 22 -10 ppm Dequest 2066

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	10,2	4,6	84
30	20,8	20,7	134
45	32,7	31,8	170
60	40,5	40,3	180
75	41,8	40	180
90	33,8	31,8	180
105	24,6	22,3	180
120	16,5	13,9	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
150	9.5	7.4	180

5 Los datos del Ejemplo 5 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaban una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que un intervalo de uso de Dequest 2066 de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 6

10 4NHMP se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 23-26 a continuación.

TABLA 23 -500 ppm 4NHMP

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	19,7	19,2	84
30	37,6	37,6	132
45	63,3	61,9	170
60	82,5	80,1	180
75	89,5	89,1	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	94,4	93,2	180
105	99,7	96,2	180
120	101,8	99,1	180
150	107	106,4	180
180	102,8	101	180
240	98,7	96,2	180

TABLA 24 -100 ppm 4NHMP

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	13,8	13,8	84
30	29	27,8	132
45	54,1	53,5	170
60	72,2	72,6	180
75	84,5	83,6	180
90	96,5	93	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	100,2	98,2	180
120	100,8	97	180
150	94,5	93,6	180
180	86	85,3	180

TABLA 25 -50 ppm 4NHMP

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	14,8	14,6	82
30	30,6	30,1	130
45	57,7	54,1	165
60	75	72,9	180
75	89,8	86,5	180
90	96,5	94,1	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	101,2	99,3	180
120	102,8	100	180
150	97,2	97,1	180
180	86,1	86,5	180

5

TABLA 26 -10 ppm 4NHMP

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	18	12	84
30	36	30	134
45	60	54	180
60	72	72	180
90	78	78	180
105	72	72	180
120	60	60	180
150	48	48	180
180	36	36	180

Los datos del Ejemplo 6 demuestran que niveles de uso de 10, 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con el uso de ningún inhibidor. Los datos de este

ejemplo sugieren que un intervalo de uso de 4NHMP de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 7

5 Dequest 6004 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 27-30 a continuación.

TABLA 27 -500 ppm Dequest 6004

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	26,1	25,1	82
30	38,6	38,6	132
45	53,5	41	169
60	50,6	41,2	180
75	52,2	47,9	180
90	53,5	50,8	180
105	53,8	52,9	180
120	53,5	53,5	180
150	54,5	49,1	180
180	53,1	52,1	180
210	52,3	51,2	180

TABLA 28 -100 ppm Dequest 6004

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	15,6	15,6	84
30	32,4	32	132
45	45,1	37,5	172
60	52,6	45,8	180
75	59,1	51	180
90	36,6	28,7	180
105	25,9	22,4	180
120	18,8	15,6	180
150	13,8	11,9	180
180	10,7	9,2	180

TABLA 29 -50 ppm Dequest 6004

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	11,6	11,4	84
30	27,7	27,8	132
45	55,5	52,3	170
60	77,1	70,7	180
75	70,5	58,8	180
90	50,7	39,9	180
105	34,5	24,9	180
120	28	15,6	180
150	19,4	12,3	180
180	17,1	8,1	180

TABLA 30 -10 ppm Dequest 6004

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	24
15	11	10,4	84
30	26,1	24,9	134
45	51,3	50,7	168
60	32,1	20,3	180
75	22,8	10,1	180
90	21,2	9,6	180
105	18,2	8,4	180
120	16,5	7,8	180

5 Los datos del Ejemplo 7 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que un intervalo de uso de Dequest 6004 de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

10 Ejemplo 8

Dequest 2046 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 31-34 a continuación.

Tabla 31 -10 ppm Dequest 2046

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21

ES 2 356 809 T3

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
15	18	18	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	60	60	176
75	66	60	176
90	54	54	176
105	42	42	176
120	36	36	176
150	30	30	176
180	30	24	176

Tabla 32 -50 ppm Dequest 2046

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	80
30	36	36	132
45	48	48	170
60	60	60	176
75	72	72	176
90	72	72	176
105	78	78	176
120	78	72	176
150	60	60	176
180	54	48	176

Tabla 33 -100 ppm Dequest 2046

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	60	66	176
75	72	72	176
90	72	72	176
105	78	72	176

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
120	78	72	176
150	72	66	176
180	60	60	176

Tabla 34 -500 ppm Dequest 2046

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	30	30	82
30	42	42	130
45	60	60	168
60	78	78	178
75	90	90	178
90	102	102	178
105	108	108	178
120	114	108	178
150	120	114	178
180	120	114	178

5 Los datos del Ejemplo 8 demuestran que niveles de uso de 10, 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con el uso de ningún inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que un intervalo de uso de Dequest 2046 de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

MEZCLAS DE FOSFONATO

10 Se realizó una serie de mezclas de fosfonatos y después se sometieron a ensayo en forma de inhibidores de incrustaciones de carbonato cálcico en un digestor de acuerdo con el procedimiento descrito con anterioridad. Las composiciones de estas diversas mezclas se muestran en la Tabla 2 anterior.

Ejemplo 9

15 Un control sin inhibidor se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft en la sección Ejemplos. Los resultados se proporcionan en la Tabla 35 y se pueden usar como control para los Ejemplos 10-25.

Tabla 35- Cocción de Kraft sin inhibidor

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	11,5	10,9	82
30	24,8	23,4	128
45	39	38,2	163
60	16,6	14,9	180
75	12,9	10,3	180
90	10,3	6,7	180

ES 2 356 809 T3

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	9,2	7,8	180
120	8,4	7,8	180

Ejemplo 10

La mezcla 78 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se proporcionan en las Tablas 36-39 siguientes.

5

Tabla 36 -500 ppm Mezcla 78

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	16	16	80
30	48	48	124
45	78	78	164
60	96	96	176
75	114	114	176
90	114	114	176
105	120	120	176
120	126	120	176
150	126	120	176
180	126	120	176

Tabla 37 -100 ppm Mezcla 78

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	3,3	2,6	82
30	18,8	19,9	128
45	29,7	28,6	163
60	46	43,1	180
75	57,6	53,6	180
90	71,3	67	180
105	73,2	67	180
120	76,4	69,5	180
150	56,8	53,6	180
180	38,8	32,6	180

Tabla 38 -50 ppm Mezcla 78

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	11,2	11,2	82

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
30	27,2	28,1	128
45	51,4	50,4	163
60	67,1	69,1	180
75	85,6	82,4	180
90	80,8	79,2	180
105	82,1	78,2	180
120	72,5	67,7	180
150	55,9	53	180
180	35,2	33,5	180

Tabla 39 -10 ppm Mezcla 78

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	7,8	7,4	82
30	29,5	28,7	128
45	60,4	57,2	163
60	84,4	80,4	180
75	68,8	60,8	180
90	41,9	32,3	180
105	29,5	19,5	180
120	23,4	15,8	180
150	18,3	12,6	180
180	15,1	10,3	180

5

Los datos del ejemplo 10 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaban una mejora significativa en la inhibición de calcio en comparación con el uso de 10 ppm de inhibidor o sin usar inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2000 o 2006 o 2060 en el intervalo de uso de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz para inhibir las incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

10

Ejemplo 11

La mezcla 79 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500.100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se proporcionan en las Tablas 40-43 siguientes.

Tabla 40 -500 ppm Mezcla 79

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	24	24	80
30	48	48	124
45	72	72	166
60	90	90	180
75	102	96	180
90	108	102	180
105	114	102	-180
120	108	102	180
150	96	90	180
180	84	72	180

Tabla 41 -100 ppm Mezcla 79

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	7	5,4	82
30	20,3	19,6	128
45	42,6	41,9	163
60	62,2	57,2	180
75	78,1	69,8	180
90	89,7	82,1	180
105	93,7	78,8	180
120	93,1	81,5	180
150	68,5	45,9	180
180	44,4	31,3	180

5

Tabla 42 -50 ppm Mezcla 79

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	9,3	9,1	82
30	22,9	22,6	128
45	52,4	49,5	163
60	74,7	69,6	180
75	85,1	78,3	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	86,4	79,3	180
105	74,1	62,4	180
120	57,6	42,4	180
150	33,9	22,9	180
180	25,6	17,4	180

Tabla 43 -10 ppm Mezcla 79

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	11,2	11,2	82
30	24,4	23,7	128
45	51,2	45,1	163
60	61,2	55,1	180
75	40,2	15,	180
90	24,1	9,5	180
105	16,3	6,3	180
120	10,5	6,3	180
150	6,6	3,7	180
180	2,7	2,1	180

- 5 Los datos del Ejemplo 11 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2000 o 2006 y Dequest 2054 en el intervalo de uso de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 12

- 10 La mezcla 80 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 44-47 a continuación.

Tabla 44 -500 ppm Mezcla 80

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	24	24	80
30	42	42	124
45	72	72	164
60	90	90	179
75	102	102	180
90	108	108	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	114	108	180
120	114	102	180
150	114	96	180
180	108	90	180

Tabla 45 -100 ppm Mezcla 80

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	12,9	11,7	86
30	31,2	29,3	132
45	61	58,7	168
60	89,2	83,8	179
75	104,8	103,7	180
90	113,6	109,8	180
105	112,8	101,7	180
120	103,7	96,1	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
150	76,2	71,3	180
180	50,7	47,6	180

5

Tabla 46 -50 ppm Mezcla 80

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	7,7	7,4	86
30	19,4	19,1	132
45	41,7	41,1	168
60	60,8	59,2	179
75	75,4	74,1	180
90	85,4	83,1	180
105	84,8	78,3	180
120	78	70,8	180
150	63,1	55,6	180
180	39,2	33	180

Tabla 47 -10 ppm Mezcla 80

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	10,3	10,3	86
30	19,5	19,2	132
45	31,2	30,9	168
60	39,2	35	179
75	36,7	33,9	180
90	32,3	31,5	180
105	28,2	26,7	180
120	21,3	19,9	180
150	12,3	11,3	180
180	5,5	4,4	180

- 5 Los datos del Ejemplo 12 demuestran que niveles de uso de 10, 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con el uso de ningún inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2000 o 2006 y 4NHMP en el intervalo de uso de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 13

- 10 La mezcla 81B se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500.100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 48-51 a continuación.

Tabla 48 -500 ppm Mezcla 81B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	24	24	80
30	42	42	124
45	42	42	164
60	42	42	180
75	42	42	180
90	42	42	180
105	48	48	180
120	48	48	180
150	48	48	180
180	54	54	180

Tabla 49 -100 ppm Mezcla 81B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	7	7,1	82
30	18,8	18,5	128
45	38,5	36,5	163
60	65,6	61,8	180
75	85,7	83,3	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	102,3	91,6	180
105	106,5	103,4	180
120	113,1	108,6	180
150	107,9	104,1	180
180	97,1	94,4	180

Tabla 50 -50 ppm Mezcla 81B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	6,2	5,8	82
30	15,5	15,2	128
45	34,3	33,6	163
60	56	45,3	180
75	71,2	67,6	180
90	83,5	79,3	180
105	84,2	81,5	180
120	79,3	76,7	180
150	69,6	67,9	180
180	58,9	55,3	180

5

Tabla 51 -10 ppm Mezcla 81B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	11,3	10,9	82

30	23,4	22,4	128
45	45,4	43,7	163
60	54,6	53,3	180
75	54,9	51,9	180
90	49,3	46,4	180
105	38,8	37,8	180
120	30,6	29,6	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
150	12,6	11,6	180
180	4,4	3,7	180

5 Los datos del Ejemplo 13 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2010 o Dequest 2066 o 2060 en el intervalo de uso de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 14

10 La mezcla 82 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 52-55 a continuación.

Tabla 52 -500 ppm Mezcla 82

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0		022
15	24	24	82
30	30	30	126
45	18	12	162
60	18	12	180
75	18	18	180
90	24	18	180
105	24	24	180
120	24	24	180
150	24	24	180
180	24	24	180

Tabla 53 -100 ppm Mezcla 82

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	7,3	4,9	82

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
30	21	18	128
45	40,7	38,5	163
60	59,8	58,8	180
75	78,8	76,2	180
90	98,3	97,3	180
105	109,3	107,9	180
120	108,6	106,6	180
150	94,6	88,2	180
180	76,5	72,5	180

Tabla 54 -50 ppm Mezcla 82

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	9,2	8,9	82
30	21,7	21,4	128
45	46,7	44,9	163
60	62,4	61,8	180
75	77,4	75,2	180
90	92,4	89,3	180
105	99,6	97,1	180
120	94,9	95,9	180
150	90,5	87,4	180
180	82,4	79	180

Tabla 55 -10 ppm Mezcla 82

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	12	12	82

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
30	30	30	128
45	42	42	163
60	54	54	180
75	42	30	180
90	30	24	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	24	18	180
120	18	18	180
150	18	18	180
180	18	12	180

5 Los datos del Ejemplo 14 demuestran que niveles de uso de 50 y 100 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 o 500 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2010 o Dequest 2054 en el intervalo de uso de aproximadamente 30 a aproximadamente 150 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 15

La mezcla 83A se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 56-59 a continuación.

10

Tabla 56 -500 ppm Mezcla 83A

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	24	24	82
30	24	24	124
45	18	18	156
60	18	18	176
75	18	18	176
90	18	18	176

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	18	18	176
120	18	18	176
150	24	24	176
180	24	24	176

Tabla 57 -100 ppm Mezcla 83A

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	5	4,7	82
30	19	18	128
45	33,1	32,7	163
60	54,9	52,8	180
75	75,7	72	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	91,8	90,4	180
105	98,9	98,3	180
120	99,3	96,9	180
150	93,5	88,7	180
180	89,7	84,9	180

Tabla 58 -50 ppm Mezcla 83A

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	6,7	6,4	82
30	17,4	17,1	128
45	38,8	36,5	163
60	59,2	59,9	180
75	76,4	75,1	180
90	89,4	88,7	180
105	96,1	93,5	180
120	98,4	97,1	180
150	98,7	96,4	180
180	94,8	92,5	180

Tabla 59 -10 ppm Mezcla 83A

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	10,7	10,4	82
30	22,7	22,1	128
45	43,6	42,6	163
60	59,4	58,3	180
75	67,9	63,5	180
90	64,4	63,4	180
105	56,3	52,8	180
120	45	42,3	180
150	25,8	24,8	180
180	14,9	13,5	180

5

Los datos del Ejemplo 15 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de

inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2010 o 2016 y 4NHMP en el intervalo de uso de aproximadamente 20 a aproximadamente 500 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 16

5 La mezcla 83B se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 60-63 a continuación.

Tabla 60 -500 ppm Mezcla 83B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	18	18	80
30	36	36	124

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
45	36	36	166
60	36	36	180
75	36	36	180
90	42	42	180
105	42	42	180
120	42	42	180
158	42	42	180
180	42	42	180

10

Tabla 61 -100 ppm Mezcla 83B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	12	12	82
30	30	30	128
45	54	54	163
60	72	72	180
75	84	84	180
90	108	101	180
105	108	101	180
120	108	101	180
150	108	108	180
180	114	108	180

Tabla 62 -50 ppm Mezcla 83B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	12,4	11,9	82
30	28,4	28,3	128
45	56,1	54,7	163
60	86,7	83,8	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
75	110,2	107,8	180
90	124,8	123,4	180
105	133,2	129,9	180
120	135,2	128,5	180
158	134,6	132,3	180
180	115,8	104,5	180

Tabla 63 -10 ppm Mezcla 83B

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	18	12	82
30	30	30	128
45	42	42	163
60	54	54	180
75	60	54	180
90	60	60	180
105	60	54	180
120	60	60	180
158	54	54	180
180	42	42	180

5

Los datos del Ejemplo 16 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2010 o 2016 y 4NHMP en el intervalo de uso de aproximadamente 20 a aproximadamente 500 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

10

Ejemplo 17

La mezcla 84 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500.100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 64-67 a continuación.

Tabla 64 -500 ppm Mezcla 84

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	24	24	82
30	48	48	126
45	78	78	164
60	102	102	180
75	120	114	180
90	126	120	180
105	132	126	180
120	132	126	180
150	120	114	180
180	102	102	180

Tabla 65 -100 ppm Mezcla 84

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	6,3	5,9	82
30	19,6	17,3	128
45	42,7	41,7	163
60	53,7	51,7	180
75	81,5	79,5	180
90	94,3	93,2	180
105	106,6	104,3	180
120	110,3	107,9	180
150	99,3	96,9	180
180	59,1	58,8	180

5

Tabla 66 -50 ppm Mezcla 84

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	6,7	6,4	82
30	17,8	17,4	128
45	42,7	40,4	163
60	57,3	56,6	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
75	73,8	72,8	180
90	84,8	83,8	180
105	89,6	89	180
120	91,2	86,4	180
150	65,7	62,4	180
180	38,8	38,5	180

Tabla 67 -10 ppm Mezcla 84

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	8,3	7,9	82
30	15,8	15,5	128
45	36,5	35,5	163
60	52,3	50,9	180
75	58,8	55,7	180
90	55,3	52,9	180
105	43,4	42,3	180
120	34,4	33,1	180
150	22,1	20,3	180
180	12,7	11,4	180

- 5 Los datos del Ejemplo 17 demuestran que niveles de uso de 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 o 50 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de 4NHMP y Dequest 2054 en el intervalo de uso de aproximadamente 80 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 18

- 10 La mezcla 85 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 100 ppm de ácido activo. Los resultados se muestran en la Tabla 68 que se expone a continuación.

Tabla 68 100 ppm Mezcla 85

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	10,5	10,2	82
30	24,3	23,7	128
45	41,1	40,3	163
60	58,5	57,9	180
75	73,9	73,6	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	86,8	86	180
105	89,1	89,1	180
120	94,4	94,4	180
150	97,5	94,9	180
180	90,5	89,3	180

5 Los datos del Ejemplo 18 demuestran que un nivel de uso de 100 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con el uso de ningún inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2000 o 2006 y Dequest 2010 o 2016 en el intervalo de uso de aproximadamente 70 a aproximadamente 200 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 19

La mezcla 86 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 69-72 a continuación.

10

Tabla 69 -500 ppm Mezcla 86

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	24	24	84
30	36	36	126
45	66	66	166
60	84	84	180
75	96	90	180
90	108	102	180
105	114	108	180
120	114	108	180
150	114	108	180
180	108	102	180

Tabla 70 -100 ppm Mezcla 86

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	4,4	4,1	82
30	16,4	15,9	128
45	34,9	29,9	163
60	44,7	43,9	180
75	57,1	56,8	180
90	69,2	68,3	180

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	73,1	72,3	180
120	73,6	70	180
150	66,4	63,5	180
180	52,1	46,7	180

Tabla 71 -50 ppm Mezcla 86

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	6,1	5,8	82
30	19,1	18,7	128
45	45,3	44,6	163
60	64,1	63,4	180
75	75,7	74,4	180
90	88	81,6	180
105	89,9	88,3	180
120	87,1	84,8	180
150	57,3	54,3	180
180	33,9	33,6	180

Tabla 72 -10 ppm Mezcla 86

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	12	12	82
30	30	30	128
45	42	42	163
60	54	48	180
75	54	54	180
90	54	54	180
105	48	48	180
120	42	42	180
150	30	30	180
180	24	24	180

5

Los datos del Ejemplo 19 demuestran que niveles de uso de 10, 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con el uso de ningún inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2060 o 2066 y 4NHMP en el intervalo de uso de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la

invención.

Ejemplo 20

La mezcla 87 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 73-76 a continuación.

5

Tabla 73 -500 ppm Mezcla 87

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	22
15	30	30	82
30	48	48	126
45	78	78	163
60	96	96	180
75	114	108	180
90	120	114	180
105	126	120	180
120	132	126	180
158	138	132	180
180	138	132	180

Tabla 74 -100 ppm Mezcla 87

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	7,4	7,1	82
30	21,3	20,9	128
45	43,4	41,4	163
60	61,8	59	180
75	83	82,9	180
90	92,6	89,5	180
105	96,5	94,4	180
120	96,8	93,3	180

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
158	80,2	77,4	180
180	53,8	50	180

10

Tabla 75 -50 ppm Mezcla 87

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
15	14,7	14,3	82
30	29,8	29,3	128
45	63,2	60,8	163
60	86,2	85,7	180
75	111,6	111,6	180
90	130,4	127,6	180
105	142,2	139,4	180
120	141,3	137	180
158	110,7	101,3	180
180	67,4	60,8	180

Tabla 76 -10 ppm Mezcla 87

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	25
15	18	12	82
30	36	36	128
45	60	54	163
60	66	60	180
75	42	30	180
90	30	18	180
105	24	18	180
120	18	12	180
158	12	12	180
180	12	6	180

5 Los datos del Ejemplo 20 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2060 o 2066 y Dequest 2054 en el intervalo de uso de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención. Se cree que la diferencia entre los datos para 50 ppm del inhibidor y 100 ppm del inhibidor se debe a las astillas de madera usadas en los experimentos. La ventaja de usar 100 ppm del inhibidor en comparación con 50 ppm del inhibidor se observa en la forma de la curva en oposición a la altura de la curva.

Ejemplo 21

La mezcla 94 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500.100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 77-80 a continuación.

Tabla 77 500 ppm Mezcla 94

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	24	24	90
30	42	42	136
45	66	66	174
60	90	84	178
75	102	96	178
90	108	96	178
105	114	108	178
120	114	108	178
150	120	114	178
180	120	114	178

Tabla 78 -100 ppm Mezcla 94

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	60	60	176
75	72	66	176
90	78	72	176
105	84	78	176
120	84	78	176
150	84	78	176
180	78	72	176

5

Tabla 79 -50 ppm Mezcla 94

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	80
30	30	30	132
45	42	42	170
60	60	60	176

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
75	72	72	176
90	78	78	176
105	78	72	176
120	78	78	176
150	72	60	176
180	42	42	176

Tabla 80 -10 ppm Mezcla 94

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	80

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
30	30	30	132
45	48	42	170
60	66	54	176
75	66	60	176
90	48	42	176
105	36	30	176
120	30	24	176
150	24	18	176
180	24	12	176

5 Los datos del Ejemplo 21 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2000 o 2006 y Dequest 2046 en el intervalo de uso de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

10 Ejemplo 22

La mezcla 95 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 81-84 a continuación.

Tabla 81 -500 ppm Mezcla 95

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	82
30	30	30	132
45	48	48	170

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
60	54	54	177
75	54	54	177
90	60	54	177

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
105	60	54	177
120	60	60	177
150	66	60	177
180	66	60	177

Tabla 82 -100 ppm Mezcla 95

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	80
30	24	24	132
45	42	42	170
60	54	54	176
75	66	66	176
90	72	72	176
105	78	78	176
120	84	84	176
150	84	84	176
180	84	84	176

5

Tabla 83 -50 ppm Mezcla 95

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	6	6	80
30	24	24	132
45	42	42	170
60	54	48	176
75	60	60	176
90	66	66	176
105	66	66	176
120	72	72	176

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
150	72	72	176
180	72	72	176

Tabla 84 -10 ppm Mezcla 95

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	66	66	176
75	66	60	176
90	42	36	176
105	30	30	176
120	30	24	176
150	24	18	176
180	24	18	176

5 Los datos del Ejemplo 22 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm del inhibidor o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2010 o 2016 y Dequest 2046 en el intervalo de uso de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 23

10 La mezcla 96 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500, 100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 85-88 a continuación.

Tabla 85 -500 ppm Mezcla 96

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	88
30	36	36	136

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
45	54	54	172
60	78	72	174
75	90	84	174
90	96	90	174
105	102	90	174

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
120	108	96	174
150	108	96	174
180	108	96	174

Tabla 86 -100 ppm Mezcla 96

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	60	60	176
75	66	66	176
90	72	72	176
105	78	78	176
120	84	84	176
150	84	84	176
180	84	84	176

Tabla 87 -50 ppm Mezcla 96

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	6	6	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	60	60	176
75	72	72	176

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	78	72	176
105	84	78	176
120	84	84	176
150	72	48	176
180	48	42	176

Tabla 88 -10 ppm Mezcla 96

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0		021
15	12	12	80
30	24	24	132
45	48	42	170
60	66	60	176
75	78	78	176
90	78	72	176
105	54	54	176
120	42	36	176
150	30	24	176
180	24	24	176

5

Los datos del Ejemplo 23 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2046 y Dequest 2054 en el intervalo de uso de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 24

La mezcla 97 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 89-92 a continuación.

10

Tabla 89 -500 ppm Mezcla 97

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	24	24	86
30	36	36	134
45	66	60	172
60	84	78	174
75	96	90	174
90	102	96	174
105	114	108	174
120	114	108	174
150	114	108	174
180	114	108	174

ES 2 356 809 T3

Tabla 90 -100 ppm Mezcla 97

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	54	54	176
75	60	60	176
90	66	66	176
105	72	72	176
120	72	72	176
150	72	72	176
180	72	72	176

Tabla 91 -50 ppm Mezcla 97

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	60	60	176
75	72	72	176
90	72	72	176
105	72	66	176
120	72	72	176
150	66	66	176
180	54	54	176

Tabla 92 -10 ppm Mezcla 97

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	66	66	176
75	72	66	176

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
90	60	54	176
105	48	42	176
120	36	30	176
150	30	24	176
180	24	18	176

5 Los datos del Ejemplo 24 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2060 o 2066 y Dequest 2046 en el intervalo de uso de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

Ejemplo 25

10 La mezcla 98 se sometió a ensayo en el Ensayo de Cocción de Kraft descrito en la sección Ejemplos a 500,100, 50 y 10 ppm de ácido activo. Los resultados se presentan en las tablas 93-96 a continuación.

Tabla 93 -500 ppm Mezcla 98

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	24	24	84
30	42	42	132
45	60	60	168
60	90	90	180
75	96	96	180
90	102	102	180
105	102	102	180
120	102	102	180
150	102	102	180
180	102	102	180

Tabla 94 -100 ppm Mezcla 98

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	18	18	80
30	30	30	132
45	42	42	170
60	54	54	176

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
-----------------	-------------------	----------------------	-------------

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
75	66	66	176
90	66	66	176
105	72	72	176
120	72	72	176
150	72	72	176
180	72	72	176

Tabla 95 -50 ppm Mezcla 98

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	80
30	24	24	132
45	42	42	170
60	60	60	176
75	66	66	176
90	72	72	176
105	72	72	176
120	78	78	176
150	72	72	176
180	66	66	176

Tabla 96 -10 ppm Mezcla 98

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
0	0	0	21
15	12	12	80
30	30	30	132
45	48	48	170
60	66	60	176

5

(Cont.)

Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
75	78	72	176
90	72	72	176
105	66	66	176
120	54	54	176

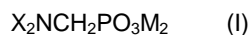
Tiempo, minutos	Calcio total, ppm	Calcio inhibido, ppm	Temperatura
150	36	36	176
180	24	24	176

Los datos del Ejemplo 25 demuestran que niveles de uso de 50, 100 y 500 ppm proporcionaba una mejora significativa de la inhibición de calcio en comparación con un nivel de uso de 10 ppm o sin el uso de inhibidor. Los datos de este ejemplo sugieren que una mezcla de Dequest 2046 y 4NHMP en el intervalo de uso de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm sería eficaz en la inhibición de incrustaciones de sales de calcio de acuerdo con la invención.

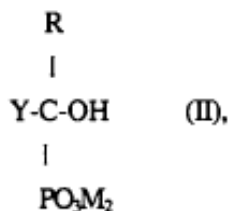
5

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio en procedimientos de pulpeo químico que comprende añadir a la mezcla acuosa alcalina una cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de una composición que comprende al menos un compuesto fosfonato en el digestor de dicho procedimiento de pulpeo químico, en el que dicho al menos compuesto fosfonato se selecciona de compuestos que tienen la fórmula:



compuestos que tiene la fórmula:



óxidos de amina de los fosfonatos de fórmula (I),

o mezclas de los mismos;

en la que M se selecciona de forma independiente de hidrógeno, metal alcalino, metal alcalino-térreo o amoníaco, X se selecciona de forma independiente de H, R o $-CH_2PO_3M_2$, en la que R es un grupo alquilo o grupo alquilo sustituido con $-NX_2$ que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 17 átomos de carbono y R' está opcionalmente ramificado y opcionalmente insaturado, e Y se selecciona de $-PO_3M_2$, H o R'; con la condición de que:

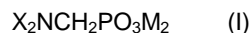
- a) dicha composición inhibidora de incrustaciones no contenga un tensioactivo no iónico, y
- b) cuando dicho compuesto fosfonato es sólo $N(CH_2PO_3M_2)_3$, la cantidad de dicho compuesto fosfonato en base a un ácido activo está en el intervalo de aproximadamente 500 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que M se selecciona de forma independiente de hidrógeno o un metal alcalino.
3. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que M es sodio o potasio cuando M es un metal alcalino.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que X se selecciona de forma independiente de $-CH_2PO_3M_2$ o R.
5. El procedimiento de la reivindicación 4 en el que al menos uno de X es R y R es $-(CH_2)_nNX'_2$, en la que n es un número entero de 2 a 6, y X' se selecciona de forma independiente de R o $-CH_2PO_3M_2$.
6. El procedimiento de la reivindicación 4 en el que cada X es R y R es $-(CH_2)_nNX'_2$, en la que n es un número entero de 2 a 6, y X' se selecciona de forma independiente de R o $-CH_2PO_3M_2$.
7. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que Y es $-PO_3M_2$.
8. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono.
9. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho fosfonato es al menos un fosfonato de fórmula (I).
10. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho fosfonato es al menos un fosfonato de fórmula (II).
11. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho fosfonato es una mezcla de al menos dos fosfonatos de fórmula (I).
12. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho fosfonato es una mezcla de al menos un fosfonato de fórmula (I) y al menos un fosfonato de fórmula (II).
13. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho fosfonato es una mezcla de al menos dos fosfonatos de fórmula (II).

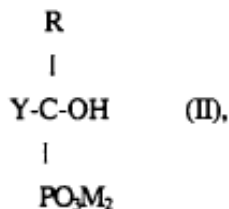
14. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que dicho fosfonato es $N(CH_2PO_3M_2)_3$ y la cantidad de dicho fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 600 a aproximadamente 800 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
15. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que dicho fosfonato es $CH_3C(OH)(PO_3M_2)_2$.
- 5 16. El procedimiento de la reivindicación 15, en el la cantidad de dicho fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 200 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
17. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que dicho fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$.
- 10 18. El procedimiento de la reivindicación 17, en el que la cantidad de dicho fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
19. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que dicho fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$.
20. El procedimiento de la reivindicación 10, en el la cantidad de dicho fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 150 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 15 21. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que dicho fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicho fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 20 22. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que dicho fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N-(CH_2PO_3M_2)_2$.
23. El procedimiento de la reivindicación 22, en el la cantidad de dicho fosfonato en base a un ácido activo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 25 24. El procedimiento de la reivindicación 11, en el que dicho fosfonato es una mezcla de: $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, y un segundo fosfonato seleccionado de $N(CH_2PO_3M_2)_3$, $(M_2OPCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$.
- 30 25. El procedimiento de la reivindicación 24, en el dicho segundo fosfonato es $N(CH_2PO_3M_2)_3$ y la cantidad de dicha mezcla en base al ácido activo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 35 26. El procedimiento de la reivindicación 24, en el dicho segundo fosfonato $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base al ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
27. El procedimiento de la reivindicación 24, en el que dicho fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 80 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 40 28. El procedimiento de la reivindicación 24, en el que dicho segundo fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
29. El procedimiento de la reivindicación 11, en el que dicho fosfonato es una mezcla de: $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ y $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$.
- 45 30. El procedimiento de la reivindicación 29, en el la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 50 31. El procedimiento de la reivindicación 11, en el que dicho fosfonato es una mezcla de $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y un segundo fosfonato seleccionado de $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $N(CH_2PO_3M_2)_3$.

32. El procedimiento de la reivindicación 31, en el que dicho fosfonato se selecciona de $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $N(CH_2PO_3M_2)_3$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 5 33. El procedimiento de la reivindicación 31, en el que dicho segundo fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2 NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 10 34. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que dicho fosfonato es una mezcla de un primer fosfonato seleccionado de $(M_2O_3PCH_2)_2 NCH_2 CH_2N(CH_2 PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N-(CH_2PO_3M_2)_2$, $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6 N(CH_2PO_3M_2)_2$ o $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y un segundo fosfonato seleccionado de $CH_3C(OH)(PO_3M_2)_2$.
- 15 35. El procedimiento de la reivindicación 34, en el que dicho primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2 NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 20 36. El procedimiento de la reivindicación 34, en el que dicho primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2CH_2N-(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 20 a aproximadamente 500 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 25 37. El procedimiento de la reivindicación 34, en el que dicho primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2 NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 30 38. El procedimiento de la reivindicación 34, en el que dicho primer fosfonato es $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 150 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 35 39. El procedimiento de la reivindicación 11, en el que dicho fosfonato es una mezcla de $(M_2O_3PCH_2)_2N(CH_2)_6N(CH_2PO_3M_2)_2$ y $N(CH_2PO_3M_2)_3$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 100 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 40 40. El procedimiento de la reivindicación 11, en el que dicho fosfonato es una mezcla de $N(CH_2PO_3M_2)_3$ y $(M_2O_3PCH_2)_2NCH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)CH_2CH_2N(CH_2PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 50 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.
- 45 41. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho procedimiento de pulpeo químico es un proceso Kraft.
42. El procedimiento de la reivindicación 41, en el que las incrustaciones de sales de calcio están inhibidas en el digestor.
43. El procedimiento de la reivindicación 41, en el que las incrustaciones de sales de calcio están inhibidas en el área de lavado de pulpa sucia.
44. El procedimiento de la reivindicación 41, en el que las incrustaciones de sales de calcio están inhibidas en el área de recuperación de licor negro.
45. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha sal de calcio es carbonato cálcico o sulfato cálcico.
46. El procedimiento de la reivindicación 45, en el que dicha sal de calcio es carbonato cálcico.
47. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el pH de dicha mezcla acuosa alcalina es al menos 9.
- 50 48. Un procedimiento para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio en un sistema acuoso en un proceso de pulpeo químico que tiene una cantidad suficiente de cationes y aniones de calcio disponibles seleccionados de carbonato y sulfato susceptibles de formar dichas incrustaciones de sales de calcio, que comprende mezclar una cantidad eficaz inhibidora de incrustaciones de una composición que contiene al menos un compuesto fosfonato con dicho sistema acuoso en el digestor de dicho

procedimiento de pulpeo químico mantenido en un intervalo de temperatura para inhibir la formación de incrustaciones de sales de calcio; y en el que dicho compuesto fosfonato se selecciona de compuestos que tienen la fórmula:



5 compuestos que tiene la fórmula:



óxidos de amina de los fosfonatos de fórmula (I),

o mezclas de los mismos;

10 en la que M se selecciona de forma independiente de hidrógeno, metal alcalino, metal alcalino-térreo o amoníaco, X se selecciona de forma independiente de H, R o $-CH_2PO_3M_2$, en la que R es un grupo alquilo o grupo alquilo sustituido con $-NX_2$ que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 17 átomos de carbono y R' está opcionalmente ramificado y opcionalmente insaturado, e Y se selecciona de $-PO_3M_2$, H o R';

con la condición de que:

- 15
- a) dicha composición inhibidora de incrustaciones no contenga un tensioactivo no iónico, y
 - b) cuando dicho compuesto fosfonato es sólo $N(CH_2PO_3M_2)_3$, la cantidad de dicho compuesto fosfonato en base a un ácido activo está en el intervalo de aproximadamente 500 a aproximadamente 1000 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.

20 **49.** El procedimiento de la reivindicación 12, en el que dicho fosfonato es una mezcla de $N(CH_2PO_3M_2)_3$ y $CH_3C(OH)(PO_3M_2)_2$ y la cantidad de dicha mezcla en base a un ácido activo es de aproximadamente 30 a aproximadamente 500 ppm en base al peso de licor total cargado en dicho digestor.