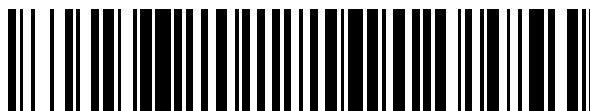


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 501 141**

51 Int. Cl.:

D21C 9/10 (2006.01)

D21C 9/147 (2006.01)

D21C 9/14 (2006.01)

D21C 9/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.04.2000** **E 00926590 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.07.2014** **EP 1180172**

54 Título: **Procedimiento para el blanqueo de pulpas químicas con bajo contenido de compuestos orgánicos halogenados**

30 Prioridad:

27.04.1999 BR 9901291

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

01.10.2014

73 Titular/es:

FIBRIA CELULOSE S.A. (100.0%)
Alameda Santos, 1357.6 andar
01419-908 Sao Paulo SP, BR

72 Inventor/es:

PASQUALI, SILVIA MARIA y
TEDESCHI DE ARAUJO, GUILHERME ANTONIO

74 Agente/Representante:

ZEA CHECA, Bernabé

ES 2 501 141 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

Procedimiento para el blanqueo de pulpas químicas con bajo contenido de compuestos orgánicos halogenados.

5 Campo técnico

[0001] La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para el blanqueo de pulpas que permite la obtención de una baja concentración de compuestos orgánicos halogenados en la pulpa de celulosa final.

10 Antecedentes de la invención

[0002] A la vista de la demanda creciente de mercado, se han llevado a cabo varios estudios en un intento de obtener pulpas con propiedades similares a las conocidas como TCF (libres de cloro total), pero que puedan reducir los costes de producción. Se han propuesto varias alternativas para procedimientos que den lugar pulpas con buenas propiedades de brillo sin provocar contaminación ambiental y con bajas cantidades de compuestos orgánicos halogenados expresados por medio de un bajo contenido de OX ("halógeno unido de forma orgánica").

[0003] La disminución de los compuestos de halógeno unidos de forma orgánica a la pulpa ya se ha estudiado por parte de Süss y col. (Süss, Hans U., y col., 1991, TAPPI Pulping Conference, 705-71). Este documento divulga los resultados logrados en la reducción del contenido de OX en la pulpa a través de una etapa de extracción alcalina débil en presencia de H_2O_2 llevada a cabo al final del procedimiento de blanqueo. Por otra parte, Annergen y col. (1990, TAPPI Pulping Conference, 185-194) muestran que la retirada de compuestos halogenados unidos orgánicamente a la pulpa resulta muy difícil y únicamente sería posible mediante la adición de un álcali debido a su elevado peso molecular. Ese estudio también menciona que puede tener lugar una retirada parcial de dichos compuestos por medio de la combinación de etapas de lavado intenso y cloración controlada de la pulpa.

[0004] Otro estudio sobre la retirada de compuestos orgánicos de cloro a partir de pulpas se divulga por parte de Gunnarson y col. (1996, JPPS. J457-J463) que describieron el mecanismo de formación de OX y AOX en la pulpa y concluyeron que sería posible reducir los niveles de OCl en la pulpa trabajando a un valor final de pH de alrededor de 4 en la etapa desoxidante y esa variación de la cantidad de dióxido de cloro añadido en esta fase no produciría una concentración creciente de OCl en el producto de pulpa final.

[0005] Se han propuesto también procedimientos adicionales con el objetivo de reducir los compuestos orgánicos halogenados durante el tratamiento de pulpas químicas por medio del uso de dióxido de cloro. Un ejemplo de dichos procedimientos se presenta en el documento EP 500.813 que divulga un procedimiento para el blanqueo de pulpas ligno-celulósicas con formación reducida de compuestos orgánicos halogenados, que se lleva a cabo por medio de la adición de ClO_2 en una primera etapa de blanqueo, seguido de una segunda etapa que comprende el tratamiento de la pulpa con agua oxigenada y al menos una etapa adicional de tratamiento con dióxido de cloro.

[0006] Otro ejemplo de procedimiento para reducir el contenido de compuestos orgánicos halogenados en las pulpas químicas en el cual se añade dióxido de cloro se muestra en el documento US 5.030.324. De acuerdo con ese procedimiento se llevan a cabo varias etapas de procedimiento que comprenden el tratamiento con cloro, incluyendo una etapa en la que se añade necesariamente dióxido de cloro junto con adiciones separadas de cloro, en el que la etapa de tratamiento con ClO_2 se lleva a cabo a una consistencia baja de pulpa.

[0007] La patente de Estados Unidos 4.959.124 se refiere a un procedimiento para reducir los compuestos orgánicos halogenados en la pulpa de baja consistencia por medio del tratamiento de la pulpa con dióxido de cloro en una primera etapa de blanqueo, seguida necesariamente de una etapa de tratamiento con ozono.

[0008] No obstante, todavía resulta deseable desarrollar un procedimiento para el blanqueo de pulpas químicas que proporcione la retirada de los compuestos orgánicos halogenados de manera más eficaz y con una reducción significativa de los costes de producción.

[0009] El objetivo de la presente invención es, por tanto, proporcionar un procedimiento de blanqueo de pulpa que permita una reducción eficaz del contenido de OX especialmente en las pulpas de baja consistencia, y que también pueda reducir la cantidad de sustancias químicas necesarias para lograr una reducción final de OX.

Sumario de la invención

[0010] La presente invención se refiere a un procedimiento para blanquear pulpas químicas, especialmente pulpas químicas de baja consistencia, caracterizado por comprender las etapas secuenciales de DO-Eop-Q-(PO-P) en la que la adición de dióxido de cloro se lleva a cabo únicamente en la primera etapa de blanqueo en forma de carga de 5 kg/tas a 8 kg/tas (es decir de 6 kg/adt a 8 kg/adt) y a un pH dentro del intervalo de aproximadamente 4,5 a 5,5.

Breve descripción de los dibujos**[0011]**

5 Las Figura 1 y 2 son gráficos que demuestran respectivamente la cantidad total de peróxido añadido a la pulpa producida de acuerdo con la presente invención y la cantidad de peróxido relativa al número Kappa inicial.

10 La Figura 3 ilustra la concentración media de OX en las pulpas tratadas de acuerdo con la presente invención cuando se compara con las pulpas tratadas por medio de métodos que comprenden diferentes parámetros de blanqueo.

La Figura 4 muestra el aumento de brillo obtenido con la adición de ClO_2 en la etapa de DO.

15 La Figura 5 presenta un gráfico que ilustra la relación existente entre la cantidad de dióxido de cloro añadida a la pulpa y la concentración de OX en el producto final.

La Figura 6 muestra un gráfico que ilustra la relación del valor de pH en la primera etapa de blanqueo con el contenido de compuestos orgánicos halogenados.

20 Las Figuras 7 y 8 son gráficos que ilustran el perfil de OX en dos condiciones de procedimiento diferentes.

Descripción detallada de la invención

25 **[0012]** Tras varios estudios, los presentes inventores han descubierto que se pueden conseguir excelentes resultados en la reducción de compuestos orgánicos halogenados en un procedimiento para el blanqueo de pulpas químicas previamente sometidas a eliminación de lignina, especialmente pulpas químicas de baja consistencia, que comprende las etapas secuencias DE-Eop-Q-(PO-P) cuando solo se lleva a cabo una etapa de adición de dióxido de cloro de una vez - como primera etapa de blanqueo - llevándose a cabo dicha adición de dióxido de cloro en un intervalo de pH de 4,5 a 5,5 y con una carga de 6 a 8 kg/tas (es decir, de 6 a 8 kg/adt).

30 **[0013]** Al contrario que las consideraciones de los procedimientos conocidos a partir de la técnica anterior, de acuerdo con los cuales una reducción de los valores de pH conduciría a un aumento sustancial de la formación de OX, se ha descubierto que el uso de un ácido durante la etapa de desoxidación (DO), con el fin de proporcionar un valor de pH dentro del intervalo de aproximadamente 4,5 a 5,5, disminuye la concentración de compuestos orgánicos halogenados. Aunque ya se ha reconocido que se puede obtener una mejor eficacia de uso de ClO_2 a valores de pH bajo, la consiguiente formación elevada de OX se ha considerado siempre un inconveniente técnico importante de este tipo de procedimientos, inconveniente que ahora queda solucionado por medio del procedimiento de la invención, estableciendo valores óptimos de pH.

40 **[0014]** La adición de ClO_2 en la primera etapa de blanqueo junto con el control de pH dentro del intervalo de 4,5 a 5,5 permite el uso de cargas de ClO_2 hasta 10 kg/tas (es decir, hasta kg/tonelada de aire seco), sin ninguna producción desventajosa de compuestos orgánicos halogenados. En la invención, se añade ClO_2 a la pulpa en un intervalo de 6 kg/tas a 8 kg/tas (es decir, de 6 kg/tonelada de aire seco a 8 kg/tonelada de aire seco), más preferentemente de aproximadamente 8 kg/tas (es decir, 8 kg/tonelada de aire seco).

45 **[0015]** De acuerdo con el procedimiento de la presente invención, es posible obtener concentraciones de compuestos orgánicos halogenados en el producto final (pulpa) menores que aproximadamente 30 ppm. Dicha formación baja de OX se debe principalmente a un control mejorado de pH durante la etapa de desoxidación, seguido de etapas de extracción convencional posteriores basadas en el uso de hidróxido de sodio y agua oxigenada. De este modo, en una etapa de blanqueo que comprende (las etapas secuenciales de DO-EoP-Q-(PO-P), es decir, las etapas de tratamiento con (dióxido de cloro - álcali de agua oxigenada - agentes complejantes (agentes quelantes) - peróxido de ozono peróxido), se obtienen ganancias expresivas en cuanto a brillo y reducción de sustancias químicas necesarias para la retirada de compuestos orgánicos halogenados, operando en condiciones de baja consistencia y con adición de dióxido de cloro en la primera etapa de blanqueo, y controlando además el pH
50 dentro del intervalo ideal de 4,5 a 5,5.

[0016] El gráfico que se muestra en la Figura 3 indica un control más eficaz del contenido medio de OX en el producto resultante de acuerdo con la presente invención, siendo dichos valores de OX estables a niveles de aproximadamente 15 ppm. Como se puede concluir por medio de la comparación de estos valores con los de las pulpas obtenidas por medio de los procedimientos convencionales, cuando no se lleva a cabo la etapa de desoxidación en condiciones de acuerdo con la presente invención, en ocasiones, es posible alcanzar contenidos bajos de OX pero que no son estables.
60

[0017] El análisis de los resultados obtenidos mostró que el procedimiento de acuerdo con la invención disminuye la necesidad de la adición de H_2O_2 durante la etapa de blanqueo, lo que representa una ventaja técnica y rentable
65

significativa que nunca se había logrado por medio de los procedimientos de la técnica anterior. La Figura 1 ilustra la disminución de H_2O_2 añadida a la pulpa en un procedimiento de acuerdo con la invención, en el que la ganancia en la reducción de H_2O_2 empleada puede ser de hasta un 40 %, al tiempo que se mantiene el bajo contenido de OX y la vuelta al estado anterior de bajo brillo. Se lograron reducciones de H_2O_2 hasta valores menores de 35 kg/tas (es decir, 35 kg/adt). Por otra parte, la Figura 2 muestra la relación entre el peróxido añadido y el número Kappa inicial que también es un buen indicativo de la reducción de H_2O_2 necesario y, por consiguiente, de los resultados mejorados en el producto final.

[0018] Por tanto, la adición de ClO_2 en la primera etapa del procedimiento de blanqueo llevada a cabo en las condiciones mencionadas anteriormente contribuye a la retirada de la carga orgánica y también contribuye a la retirada de lignina, así como al aumento de la reactividad de H_2O_2 en la etapa Eop, proporcionando de este modo un brillo mejorado cuando se compara con pulpas tratadas con la misma cantidad de peróxido en los procedimientos convencionales. Las pulpas obtenidas por medio del procedimiento de acuerdo con la presente invención muestran un brillo de aproximadamente un 90 % ISO y todos los parámetros de procedimiento técnico conducen a bajos costes de producción y a tasas elevadas de reciclaje de efluentes en el procedimiento de blanqueo.

[0019] La Figura 5 presenta la relación de la cantidad de dióxido de cloro añadido con respecto al contenido de OX formado en la pulpa durante el procedimiento de la invención. Se puede observar que la proporción de ClO_2 con respecto al contenido de OX no varía incluso cuando se aumenta la cantidad de ClO_2 , lo que indica que el último actúa para retirar el OX presente en la pulpa tras la primera etapa, manteniéndose de este modo la calidad de la pulpa en niveles deseables.

[0020] La Figura 4 muestra la ganancia potencial de brillo con la adición de ClO_2 en una etapa anterior a la etapa de adición de agua oxigenada. El rendimiento de la etapa de Eop se mejoró sustancialmente con la adición de 2 kg/tas (2 mg/adt) de ClO_2 , en el DO.

[0021] Con el fin de obtener los niveles deseados de brillo en la etapa de Eop sin afectar negativamente a los resultados de OX, se determinó un intervalo óptimo de pH para la etapa de DO y, por tanto, se estableció un intervalo de aplicación ideal como viene indicado en la Figura 6.

[0022] Tras algunos experimentos, se observó que la adición de ClO_2 en la primera etapa también proporcionaba un aumento del número de etapas de lavado/extracción, disminuyendo sustancialmente la cantidad de OX presente en la pulpa. Además, las Figuras 7 y 8 muestran que la etapa de Eop tiene el mejor rendimiento en la retirada de los compuestos orgánicos de halógeno al tiempo que las etapas tales como PO (peróxido presurizado) no presentan buena capacidad de retirada de dicho OX.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para el blanqueo de pulpas químicas **caracterizado por** comprender las etapas secuenciales de DO-Eop-Q-(PO-P), en el que la adición de dióxido de cloro se lleva a cabo únicamente en la primera etapa de
5 blanqueo en forma de una carga de 6 kg/tas a 8 kg/tas (de 6 kg/adt a 8 kg/adt) y a un pH dentro del intervalo de 4,5 a 5,5.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** el dióxido de cloro se añade en forma de carga de 8 kg/tas (8 kg/adt).

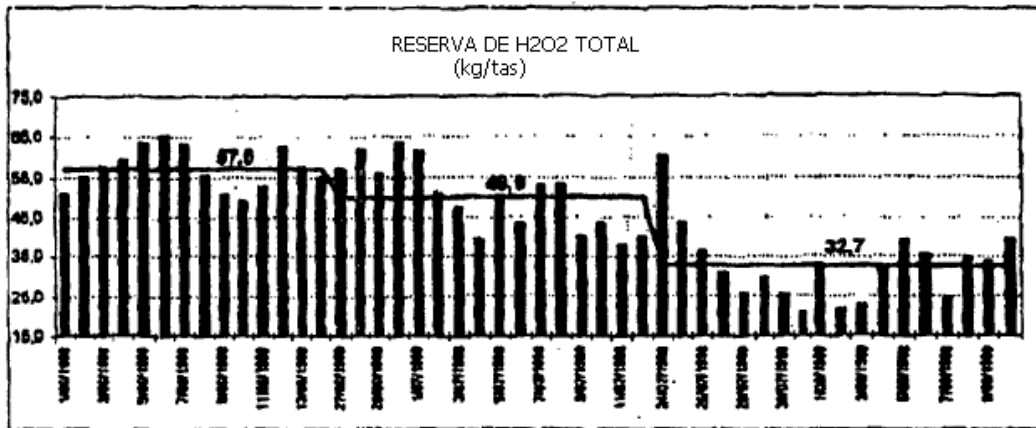


FIG. 1

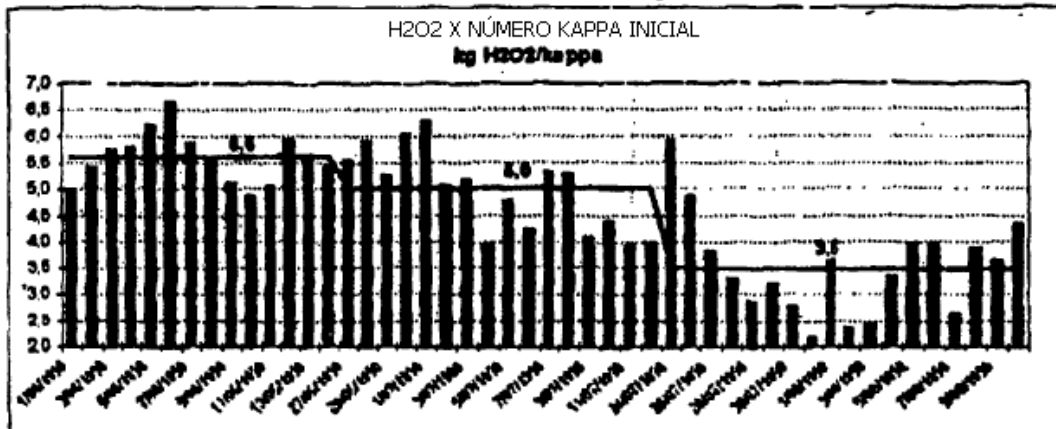


FIG. 2

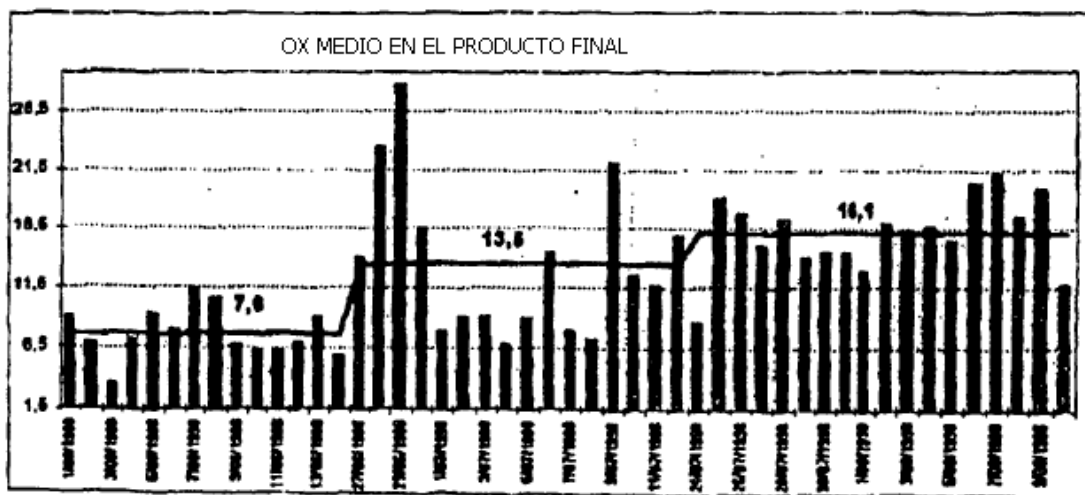


FIG. 3

BRILLO EN EL RENDIMIENTO DE EOP
MEDIA/DÍA

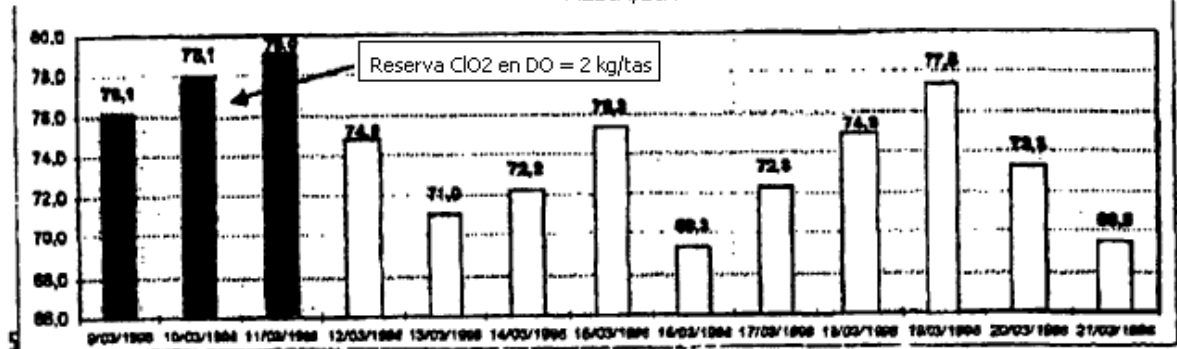
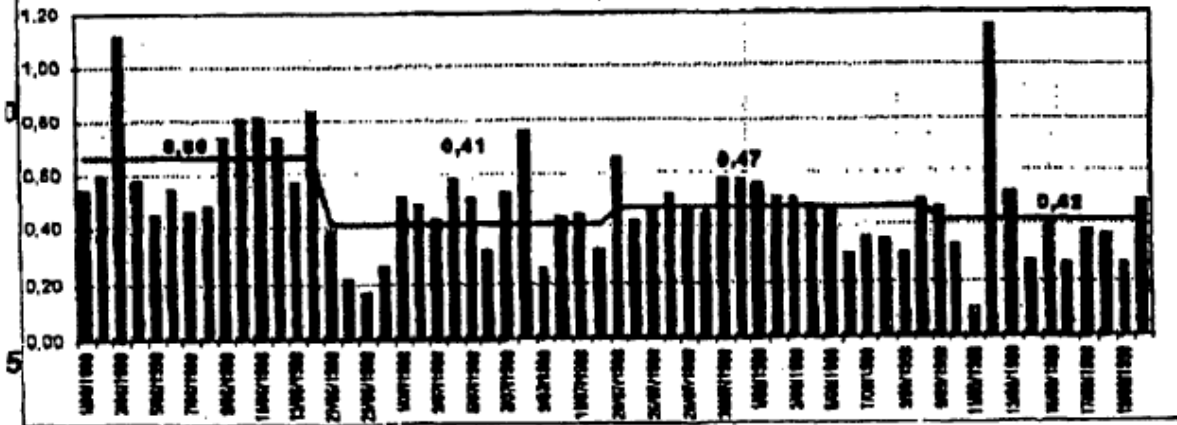
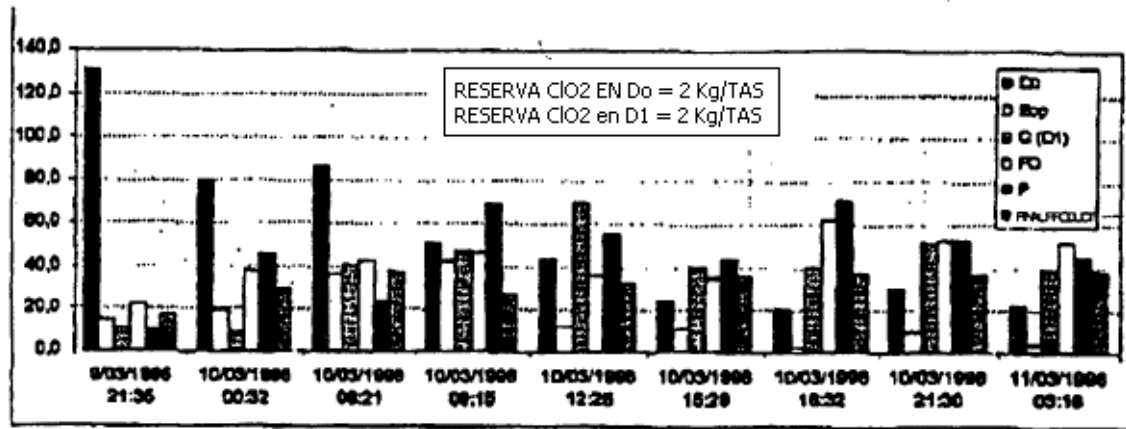


FIG. 4

PROPORCIÓN ClO2 / OX



PERFIL DE OX EN EL PROCESO DE BLANQUEO
SECUENCIA: DO-Eop-D1 - (POP)



10

FIG. 7

PERFIL DE OX EN EL PROCESO DE BLANQUEO
SECUENCIA: DO-Eop-Q-(POP)

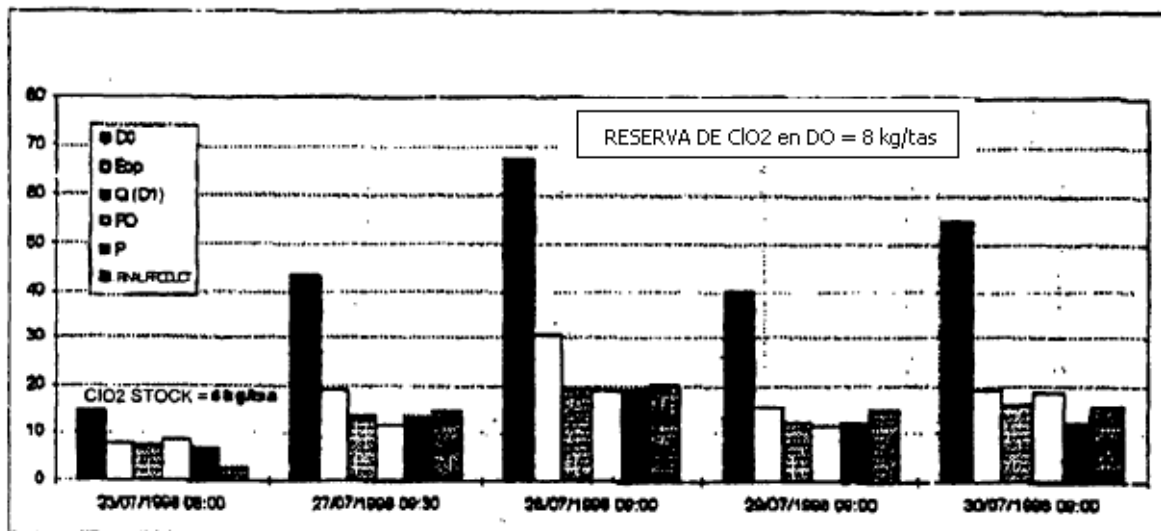


FIG. 8