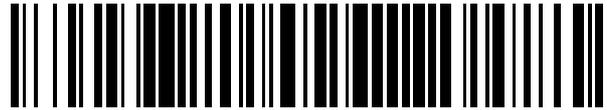


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 580 167**

51 Int. Cl.:

D21C 5/00 (2006.01)

D01C 1/00 (2006.01)

D01C 1/02 (2006.01)

D21C 9/00 (2006.01)

D21H 11/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2009 E 09740626 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.05.2016 EP 2488694**

54 Título: **Procedimiento de producción de fibras de celulosa diferenciadas que comprende un tratamiento enzimático en asociación con una etapa ácida**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.08.2016

73 Titular/es:

**FIBRIA CELULOSE S.A. (50.0%)
Alameda Santos 1357, 6 andar
01419-908 Sao Paulo SP, BR**

72 Inventor/es:

**DEMUNER, BRAZ JOSÉ y
MAMBRIM FILHO, OTÁVIO**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 580 167 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 de producción de fibras de celulosa diferenciadas que comprende un tratamiento enzimático en asociación con una etapa ácida

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de fibras de celulosa que tienen características de flexibilidad y resistencia mejoradas.

Antecedentes de la invención

- 10 La modificación de las características de las fibras de celulosa se ha estudiado en los últimos años, ya que dichas características afectan directamente a la fabricación y las peculiaridades del papel final. Entre las características de las fibras de celulosa, la flexibilidad y el número de grupos carboxilo de las mismas son de gran importancia para el desarrollo de papel que tenga una resistencia mecánica y estructural mejorada.

Los tratamientos enzimáticos se han usado en procedimientos para la fabricación de fibras de celulosa, aunque en la mayoría de los casos se usan dirigidos únicamente a reducir el consumo de reactivos químicos y a mejorar los aspectos de los efluentes generados durante el procedimiento de producción de las fibras de celulosa.

- 15 Por otro lado, algunos documentos de la técnica anteriores desvelan las diferencias entre las fibras de celulosa y las características del papel a través de la aplicación de enzimas solo en el procedimiento de fabricación de papel.

- 20 El documento WO 03/021033 desvela un tratamiento enzimático de las fibras de celulosa para aumentar el número de grupos aldehído. Estos grupos se convierten en lugares de unión a los grupos hidroxilo de las fibras, cuando se transforman en una hoja seca de papel, aumentando de este modo la resistencia mecánica de las mismas. Uno de los procedimientos desvelados en dicho documento consiste en el tratamiento de las fibras con una o más enzimas hidrolíticas, opcionalmente, en presencia de tensioactivos, otras enzimas no celulósicas u otros reactivos químicos no hidrolíticos en el que los grupos aldehído se forman en o cerca de la superficie de las fibras. La descripción muestra que el tratamiento enzimático se lleva a cabo en los circuitos de aproximación de la máquina de fabricación de papel. De tal manera que también se desvela un procedimiento para la manipulación de la suspensión acuosa que contiene la fracción rica en grupos aldehído, llevando a cabo el refinado y/o la mezcla adicional de los aditivos químicos adicionales, que son comunes en la fabricación de papel. Después de la formación de una hoja de papel, el agua blanca que contiene las enzimas hidrolíticas se recoge y recicla para aumentar la eficacia del tratamiento.

- 30 El documento WO 00/68500 desvela un procedimiento de producción de papel con una mayor resistencia a la humedad tratando las fibras con una enzima oxidativa de fenoles antes del circuito de la máquina de papel, más específicamente, en el sistema de depuración. Tras el tratamiento enzimático, las fibras se refinan y después se mezclan con aditivos que generalmente se usan/requieren para la fabricación de papel.

- 35 El documento WO 2007/039867 desvela estructuras fibrosas densificadas diferencialmente, procedimientos para la fabricación de las mismas y procedimientos para el tratamiento de fibras usadas en las estructuras fibrosas. El tratamiento de las fibras se lleva a cabo usando solo enzimas celulósicas y no se asocia con él una etapa ácida. Además, el fin es cambiar la estructura fibrosa de la hoja de papel.

- El documento PI 9505211-9 desvela un tratamiento con ácido centrado en retirar el ácido hexenurónico y no en la distinción entre las características de las fibras. Por lo tanto, la asociación de la etapa ácida con las enzimas xilanasas desarrollada de acuerdo con dicho documento del estado de la técnica se destina a aumentar la retirada de los ácidos hexenurónicos.

- 40 El documento JP 2001303469 desvela procedimientos para el blanqueamiento de celulosa usando una etapa de tratamiento con ácido y tratamientos con xilanasas para la reducción de la cantidad de agentes químicos de blanqueamiento usados requerida durante la etapa de blanqueamiento de las fibras y también para la obtención y separación de compuestos xilooligosacáridos del filtrado generado.

- 45 El documento JP 2004060117 desvela un procedimiento para el blanqueamiento de la pasta, en el que se usa un tratamiento enzimático tras la etapa de blanqueamiento de la pasta usando dióxido de cloro.

- 50 El documento WO 9844189 desvela procedimientos para el tratamiento de las fibras de celulosa para retirar el color (grupos cromóforos) mediante la aplicación de celulasa, con un pH de 3,0 a 7,0, y xilanasas, con un pH de 5,5 a 9,0. El objetivo de la aplicación de celulasa es abrir los poros de las paredes celulares en las fibras para aumentar la capacidad de la xilanasas para retirar los cromóforos. Otro tratamiento para la preparación de las fibras (aumentando el hinchamiento, y por tanto ensanchando los poros) se lleva a cabo usando una amina de bajo peso molecular (por ejemplo metilamina). El tratamiento enzimático no se encuentra junto con una etapa ácida y tampoco presenta ningunos resultados de modificación de la flexibilidad ni de grupos carboxilo de las fibras, relacionados con la alteración de la resistencia y el drenaje/secado.

El documento US 7144716 desvela un procedimiento para la inmovilización de enzimas a través de la aplicación de las mismas en un pH que varía de 5,0 a 6,9. Los resultados obtenidos solo describen el mantenimiento o la disminución en la actividad de la enzima en función o no de la inmovilización, cuando se somete a diferentes tensiones de cizallamiento (agitación).

5 El documento PI 0517695 desvela un procedimiento para la modificación de las fibras que se destina a aumentar la resistencia en condiciones de humedad de la hoja de papel. La modificación se lleva a cabo a través del uso de derivados de celulosa (por ejemplo CMC = carboximetilcelulosa) sin usar enzimas. Aunque usa la asociación del tratamiento basado en CMC con una etapa ácida, no está relacionado con el uso de enzimas.

10 Mora y col. (1986) describen la acción enzimática para los tratamientos realizados con tiempos de retención de 24 y 88 horas en un medio que contiene $HgCl_2$ (extremadamente perjudicial para el medio ambiente y para la salud humana) para inhibir la acción de las celulasas, permitiendo la evaluación del efecto individual de las xilanasas. La temperatura usada es igual a 40 °C y el pH no se especifica. Nunca se ha mencionado la asociación del tratamiento enzimático con una etapa ácida que se destine a diferenciar las fibras.

15 Noe y col. (1986) describen la acción enzimática para los tratamientos realizados con tiempos de retención de 2 a 54 horas, en un medio que contiene $HgCl_2$, en una temperatura de 40 °C. Comprende una etapa de lavado con ácido para desnaturalizar la enzima para no promover el cambio en las fibras. El presente documento enseña que aunque el tratamiento enzimático conduce a mejoras en el procedimiento de refinado, y consecuentemente en las propiedades de las fibras (por ejemplo flexibilidad), muestra que en las pastas no refinadas la acción enzimática por sí sola no es suficiente para provocar cambios en la pared celular de las fibras, que estén aumentando la flexibilidad de las fibras. Sin embargo, el presente documento no contiene ninguna descripción o incluso una sugerencia sobre
20 qué tratamientos adicionales pueden estar asociados con el tratamiento enzimático a fin de obtener las propiedades deseadas de las fibras.

25 Bajpai y col. (2006) describen la acción de combinaciones de enzimas del sistema lacasa-mediador, lacasa-mediador con xilanasas y lacasa-mediador con xilanasas y una etapa ácida que se destina a mejorar el blanqueamiento ECF, pero no describe defecto en la calidad de la pasta, ni la posibilidad del uso de estas combinaciones para la distinción entre las propiedades de las fibras. En vista de esto, existe una necesidad para el desarrollo de procedimientos que den como resultado una distinción significativa en las características de las fibras de celulosa. Entre dichos procedimientos, los que usan un tratamiento enzimático muestran un alto potencial en el cumplimiento de esta necesidad.

30 Por lo tanto, el objeto de la presente invención es satisfacer dicha necesidad existente en el estado de la técnica de obtención de fibras de celulosa.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de fibras de celulosa que tienen características distintas que comprende la asociación de al menos un tratamiento enzimático con al menos una etapa ácida.

35 Además, la presente invención también se refiere a las fibras de celulosa producidas mediante dicho procedimiento.

Descripción detallada de la invención

40 La presente invención proporciona un procedimiento de producción de fibras de celulosa, caracterizado por comprender la asociación de al menos un tratamiento enzimático con al menos una etapa ácida, en el que el tratamiento enzimático se caracteriza porque el tiempo de retención durante el tratamiento enzimático varía de 40 a 240 minutos, el pH del medio varía de 5,5 a 8,5 y la temperatura del medio varía de 40 a 90 °C, y la carga de enzima hidrolítica varía de 0,10 a 2,0 kilogramos de enzima/tonelada de celulosa; y la etapa ácida se caracteriza porque el tiempo de retención varía de 20 a 200 minutos, la temperatura en el medio varía de 80 a 95 °C y el pH del medio varía de 3 a 4,5; y
45 en el que la etapa ácida se aplica secuencialmente antes o después del tratamiento enzimático durante el procedimiento para la obtención de fibras de celulosa y en el que el tratamiento enzimático usa al menos una enzima hidrolítica, seleccionada del grupo que consiste en celulasas, xilanasas y mezclas de las mismas.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de fibras de celulosa que tienen características distintas. Más específicamente, desvela procedimientos que comprenden al menos un tratamiento enzimático junto con al menos una etapa ácida para obtener fibras de celulosa que tienen características y
50 propiedades distintas, tales como: flexibilidad, cantidad de grupos carboxilo, resistencia a la tracción y drenaje. Estos tratamientos pueden comprender, o no, una etapa de lavado intermedia entre los tratamientos anteriormente mencionados.

55 Entre las propiedades de las fibras de celulosa, la cantidad de grupos carboxilo presentes y la flexibilidad de las fibras son propiedades básicas para el desarrollo de características mejoradas para su uso adicional en la fabricación de papel.

Las fibras que tienen más flexibilidad y mayor número de grupos carboxilo tienen la tendencia a impartir una resistencia mecánica (a la tracción) mayor que las hojas de papel obtenidas de las mismas, sin tratamiento enzimático y/o con ácido.

5 El aumento en la resistencia se produce debido a que las fibras que presentan tales características permiten un aumento en el área de la superficie de contacto entre ellas, conduciendo a un aumento en el número y resistencia de las uniones fibra a fibra, también a causa del aumento en el número de grupos de unión (carboxilo) en la superficie de las fibras, permitiendo así que se formen un mayor número de puentes de hidrógeno.

10 Los puentes de hidrógeno formados cuando las fibras están en contacto con el agua están presentes en los restos de las fibras que contienen grupos hidroxilo. Tras la retirada del agua en los procedimientos de deshidratación y secado, dichos restos se vuelven restos de unión para los puentes de hidrógeno, aumentando así la resistencia mecánica de la estructura formada.

15 Se ha verificado que al menos un tratamiento enzimático junto con al menos una etapa ácida promueve una distinción entre las características de las fibras de celulosa, principalmente su flexibilidad y su número de grupos carboxilo, conduciendo a un cambio significativo en las características de resistencia mecánica, tales como resistencia a la tracción y drenaje de la suspensión fibrosa.

Dichos cambios permiten el uso de fibras de celulosa para diferentes aplicaciones, y también permiten un aumento en el rendimiento en la fabricación de papel, debido a que se esperan un aumento en la rentabilidad y una disminución en los costes del procedimiento ya que los cambios en dichas fibras permiten un mejor drenaje/secado.

20 Por lo tanto, dichas diferencias en las propiedades y características de las fibras de celulosa deberían permitir aplicaciones de nuevos usos en la fabricación de papel. Como ejemplo, las fibras más flexibles y/o aquellas con números más altos de grupos carboxilo pueden presentar ventajas en la reducción de costes, principalmente las relacionadas con el suministro de energía para el refinado y las materias primas en el procedimiento de fabricación de papel (por ejemplo, la adición de agentes de resistencia y fibras de madera blanda, que son generalmente más caras que las de madera dura). Como desventaja, se puede citar el aumento en la energía de secado en los casos
25 donde el balance entre el refinado y la adición de los agentes de resistencia no se establece adecuadamente.

Por otro lado, las fibras menos flexibles y/o aquellas con números más bajos de grupos carboxilo pueden poseer una ventaja en términos de drenaje y secado y un aumento en la producción de papel. Como desventaja, uno puede citar la necesidad de aumentar el refinado y la adición de agentes de resistencia durante la fabricación de papel.

30 Estos ejemplos muestran el gran potencial e importancia de la distinción entre las fibras de celulosa cuando se proporcionan a los clientes con opciones para el desarrollo de aplicaciones más adecuadas y equilibradas para sus necesidades. De este modo, se esperan productos que tienen características de suavidad, volumen, absorción de líquidos, porosidad y un mejor rendimiento en el procedimiento con fibras que tienen menos flexibilidad y un número más bajo de grupos carboxilo. Por otro lado, se esperan papeles más fuertes y/o más baratos cuando se usan fibras más flexibles y/o las que tienen números más altos de grupos carboxilo.

35 En la presente invención, el tratamiento enzimático se realiza por la acción de enzimas hidrolíticas, por ejemplo, celulasas, xilanasas, o una mezcla de las mismas, en cantidades que varían de 0,10 a 2,0 kilogramos de enzima por tonelada de celulosa. Las enzimas hidrolíticas usadas son enzimas comerciales y algunos proveedores de ellas son: Novozymes, Verenium, logen, AB Enzymes y otros.

40 Dicho tratamiento enzimático se realiza en torres usadas normalmente en los procedimientos de almacenamiento de celulosa o en reactores diseñados específicamente para contener reacciones químicas, como las reacciones de la etapa ácida.

45 La temperatura requerida para el desarrollo del procedimiento se configura para reducir la adición de agua fresca, agua tibia y/o agua caliente a través del mejor equilibrio alcanzable entre la recirculación de los filtrados. Del mismo modo, el ajuste del pH puede llevarse a cabo a través de la determinación del mejor equilibrio con la recirculación de filtrados ácidos y/o alcalinos de la secuencia de blanqueamiento, para minimizar el uso de reactivos químicos, ácidos o bases. Por lo tanto, dichos parámetros pueden configurarse de acuerdo con las condiciones específicas deseadas para cada procedimiento específico.

50 Preferentemente, el tratamiento enzimático se realiza en torres y los reactores tienen un tiempo de retención que varía de 40 a 240 minutos, un pH que varía de 5,5 a 8,5, la temperatura que varía de 40 a 90 °C, preferentemente, de 50 a 90 °C cuando la enzima hidrolítica es xilanasas, de 40 a 80 °C cuando la enzima hidrolítica es celulasas y de 40 a 80 °C cuando el reactivo enzimático es una mezcla de xilanasas y celulasas.

55 La fase de tratamiento enzimático está asociada con una etapa ácida que se realiza, preferentemente, en las condiciones descritas normalmente para los procedimientos para la producción de fibras de celulosa con una cantidad más baja de ácidos hexenurónicos, en la que las condiciones son las siguientes: tiempo de retención que varía de 20 a 200 minutos, temperatura que varía de 80 a 95 °C y valor de pH que varía de 3,0 a 4,5, usando ácido sulfúrico o clorhídrico para el ajuste del pH.

En el procedimiento de la presente invención, el tratamiento enzimático puede aplicarse antes, después o durante la secuencia de blanqueamiento de las fibras de celulosa. Cuando se realiza antes de la fase de blanqueamiento, el tiempo de retención del tratamiento enzimático es de 40 a 240 minutos, cuando se realiza durante el blanqueamiento el tiempo de retención es de 40 a 90 minutos y cuando se realiza después de la secuencia de blanqueamiento, el tiempo de retención es de 40 a 240 minutos. Cuando la enzima se aplica antes del blanqueamiento la etapa ácida se aplica secuencialmente en una fase que tiene lugar antes y/o después del tratamiento enzimático.

En otra realización de la presente invención los tratamientos enzimáticos de las fibras de celulosa se aplican tras una etapa ácida a lo largo de la secuencia de blanqueamiento de las fibras de celulosa. En ese caso, no es necesario llevar a cabo la etapa ácida de manera secuencial a los tratamientos enzimáticos.

En la presente realización, el tratamiento enzimático puede reemplazar la primera extracción alcalina, que, en general, se mejora por oxígeno y peróxido de hidrógeno, un tratamiento oxidativo que tiene, o no, lugar antes de esta. Si este es el caso, el tratamiento oxidativo, que generalmente es la primera etapa de blanqueamiento, consiste en el uso de dióxido de cloro, ozono, peróxido de hidrógeno o cualquier otro agente químico como en este tipo de aplicaciones.

Los ejemplos de secuencias de blanqueamiento preferibles, en las que el procedimiento de la presente invención puede aplicarse son: A Do EOP D1 EP D2; A Do PO D1 D2; A Do PO PP; A Do PO D P y A D1 EP D2, en las que:

“A” se refiere a una etapa ácida;

“Do” se refiere a una etapa de desoxidación;

“EOP” se refiere a una extracción alcalina mejorada por peróxido de hidrógeno y oxígeno, en la que una primera etapa de la reacción está presurizada y una segunda etapa se lleva a cabo a temperatura ambiente;

“PO” se refiere a una extracción alcalina mejorada por oxígeno y peróxido de hidrógeno, en condiciones presurizadas;

“D1 y D2” se refieren a las fases de blanqueamiento con dióxido de cloro;

“EP” se refiere a una extracción alcalina mejorada por peróxido de hidrógeno; y

“P” se refiere a una fase de blanqueamiento con peróxido de hidrógeno.

El procedimiento de la presente invención también puede comprender una etapa de lavado entre el tratamiento enzimático y la etapa ácida.

Las fibras usadas en el procedimiento de la presente invención pueden ser las fibras denominadas de eucalipto.

Otra realización más de la presente invención consiste en tratamientos enzimáticos realizados en más de una etapa, en secuencias que contienen una etapa ácida. El uso de un tratamiento enzimático inicial antes o después de la etapa ácida, puede seguirse de un segundo e incluso un tercer tratamiento enzimático en el principio, mitad o el final de la secuencia de blanqueamiento.

Por ejemplo, puede usarse una fase enzimática antes de la etapa ácida. Puede usarse una segunda fase enzimática en lugar de la primera extracción alcalina e incluso puede aplicarse una tercera fase enzimática tras el blanqueamiento. Este enfoque operativo pretende aumentar el potencial de distinción entre las propiedades de las fibras. Todos los casos son perfectamente susceptibles de utilidad industrial.

Como ejemplo, en una instalación de producción de celulosa con una secuencia de blanqueamiento que tiene la configuración de torre de almacenamiento A Do EOP D E D torre de almacenamiento y secado, las siguientes combinaciones son posibles, de acuerdo con la presente invención: tratamiento enzimático A tratamiento enzimático D EP (o PO) D torre de almacenamiento y secado; tratamiento enzimático A tratamiento enzimático D EP (o PO) D tratamiento enzimático y secado. Además, estas configuraciones también pueden realizarse cuando después se usa la etapa A o la etapa Do.

En dichas alternativas, los tratamientos enzimáticos se realizan usando las mismas condiciones del procedimiento, que se han descrito previamente, y teniendo en cuenta las particularidades de cada propósito de aplicación.

45 Ejemplos

La presente invención se ilustrará mediante algunos ejemplos de tratamientos y resultados.

Es importante mencionar que para llevar a cabo los ejemplos a escala de laboratorio, se requirió una etapa adicional, es decir la inactivación enzimática para evitar la continuación de las acciones tras la finalización de la fase enzimática. Sin embargo, en un procedimiento industrial en continuo esta etapa no es necesaria, debido a que sucede naturalmente a través de cambios en los lavados, pH y temperatura, así como con el uso de agentes oxidantes.

La carga de enzimas hidrolíticas usadas en los ejemplos se obtuvo pesando la cantidad de enzima tal como se formula y remite por los respectivos proveedores de las mismas. Todos los tratamientos enzimáticos y etapas con ácido se realizaron en un reactor de laboratorio (por ejemplo, Quantum Technology - modelo Mark o CRS), en el que

5 se controla la temperatura, intensidad y periodicidad de la mezcla dinámica, que son condiciones básicas para un buen rendimiento del tratamiento enzimático. Todos los tratamientos experimentales se compararon con una condición patrón (ensayo del blanco), que tiene el mismo tiempo de retención, pH, temperatura, intensidad y periodicidad de mezcla, pero sin la presencia de la enzima. Cada experimento se llevó a cabo usando 300 gramos (peso en base seca) de celulosa. Los ensayos se realizaron a una consistencia del 11 %.

Las mediciones de la flexibilidad de las fibras (F), número de grupos carboxilo (C), índice resistencia/tracción (T) y drenaje (D) se obtuvieron de acuerdo con las normas ISO o Tappi. Para los ensayos físicos, las muestras se almacenaron a una temperatura de 23 ± 1 °C y a una humedad relativa del 50 ± 2 %, durante al menos 4 horas.

10 La medición de la resistencia a la tracción (R), que es la base para la estimación del índice de tracción (T) se obtuvo de la resistencia a la tracción máxima de una muestra de ensayo de papel, como gramos-fuerza/pulgada (gf/2,54 cm). El índice de tracción es la relación entre la resistencia a la tracción y el gramaje de la muestra (el gramaje se expresa como g/278,7 metros cuadrados). La resistencia a la tracción se obtiene en un equipo de ensayo universal, tipo Instron. La resistencia a la tracción máxima se mide usando una celda de carga de 10 N, para una resistencia a la tracción de hasta 1000 gramos/fuerza y de 100 N, para una resistencia a la tracción más alta. 15 La resistencia a la tracción corresponde a una media de al menos ocho mediciones. La resistencia a la tracción se corrige con el fin de establecerse para una variación de gramaje normal de 15,9 a 17,1. La resistencia a la tracción corregida se obtiene multiplicando la resistencia a la tracción medida por 10,5 y dividiéndolo por el gramaje menos seis.

20 El drenaje se cuantificó a través de la resistencia a la filtración de la pasta (RFP), usando el siguiente procedimiento (como se describe por Mohammadi y col. (1998) - véase la Patente de Estados Unidos 6.149.769): tomar una muestra de 2543 ml de una suspensión de fibras, que tienen una consistencia del 0,1 %, preparada en un tanque de 19 litros, a través de un registro unido al fondo de un tanque de equilibrio, retornándola al tanque a través de la parte superior. Repetir el procedimiento (mencionar que la RFP debe llevarse a cabo después de tomar 2543 ml para la comprobación de la consistencia debido a que la altura de la columna de agua dentro del tanque de equilibrio 25 cambia el valor de la medida). Medir la temperatura de la suspensión. Registrar el valor en grados Celsius. Instalar la conexión para la medición de la RFP en el registro inferior del tanque de equilibrio de la muestra; poner el matraz de vidrio de 100 ml debajo de la conexión (mencionar que dado que se refiere a una medición dinámica que tiene un recipiente específico para este fin, no se necesita calibrarlo). Con un movimiento sencillo y rápido, abrir la válvula para la recogida de la muestra y al mismo tiempo activar el cronómetro para medir el tiempo, en segundos, requerido para llenar el matraz de 100 ml hasta su marca. Registrar el tiempo "A", en segundos. Desechar el filtrado y sin lavar el filtro de la conexión, medir el tiempo necesario para llenar el matraz de nuevo. Registrar el tiempo "B" en segundos. Repetir el punto anterior, registrando el tiempo "C" en segundos. Retirar la conexión y lavarla a contraflujo con el fin de retirar toda la pasta retenida, comprobando que el tamiz de la conexión esté limpio y libre de fibras que puedan secarse y cambiar los ensayos adicionales. Calcular el valor RFP como sigue: 30

$$35 \quad RFP = \sqrt{E \times (B + C - 2A) / 1,5}$$

en la que:

- A, B y C = mediciones de tiempo en segundos.
- E = $1 + 0,013 (T-75)$
- T = temperatura en grados Fahrenheit.

40 Puede usarse una fórmula corta:

$$RFP = K \times \sqrt{B + C - 2A}$$

en la que:

$$K = \sqrt{E / 1,5}$$

Entonces:

$$45 \quad K = \sqrt{[1 + 0,013 (T-75)]}$$

los valores de "K" a temperaturas que varían de 21 °C a 25 °C.

°C	°F	factor "K"
21,0	69,8	0,7884
21,5	70,7	0,7933
22,0	71,6	0,7982
22,5	72,5	0,8031
23,0	73,4	0,8080
23,5	74,3	0,8128
24,0	75,2	0,8176
24,5	76,1	0,8223
25,0	77,0	0,8270

5 Todos los accesorios/equipos fueron suministrados por Special Machinery Corporation, 546 East Avenue, Cincinnati, Ohio 45232. La medición de la RFP corresponde a la del Refinado para Norma Canadiense (RNC), obtenida de acuerdo con la norma SCAN C 24-65. La relación entre ellos se da mediante la siguiente ecuación: $RFP = 78918 \cdot (RNC) - 1,688$.

Las mediciones de la flexibilidad de las fibras se realizaron de acuerdo con el concepto descrito por Steadman y Luner (1985). Existe una necesidad de una preparación previa de portaobjetos de microscopio especiales con un microfilamento metálico sobre el que se colocan las fibras para analizarse, y de un equipo adecuado.

10 Los procedimientos para la preparación del portaobjetos del microscopio usan 5 gramos de celulosa (peso en base seca) en 2000 ml de agua desionizada. Después se agita dicha suspensión de fibras en un desintegrador de laboratorio convencional, y después se prepara una suspensión nueva a una consistencia del 0,01 %. Para ello, se transfieren 8 ml de la suspensión mencionada anteriormente a una probeta de medición de 200 ml, que después se llena completamente con agua desionizada. Los portaobjetos especiales con un microfilamento metálico se usan para mantener las fibras en un aparato del fabricante de la muestra. Las condiciones de vacío y la presión de aire comprimido son 7 ± 1 mmHg y 0,41 MPa, respectivamente. Para cada portaobjetos, se usaron 5 ml de la suspensión a una consistencia del 0,01 % y, en el momento correcto, el portaobjetos se colocó adecuadamente para recibir las fibras. Después del prensado y secado, se retira el portaobjetos y se lee la flexibilidad de la fibra. En la presente invención se usó un equipo "CYBERFLEX". Deberían prepararse al menos dos portaobjetos y debería realizarse la lectura en al menos 300 fibras, por lo tanto se obtiene un valor de medición medio. Es importante mencionar que la medición se lleva a cabo originalmente en fibras húmedas y por lo tanto el resultado se expresa como flexibilidad de la fibra húmeda en %.

Se lleva a cabo la determinación del número de grupos carboxilo de acuerdo con la Tappi T237 cm-98, en la que los resultados se expresan como miliequivalentes por 100 gramos de fibras (peso en base seca).

25 Ejemplo 1: Tratamientos individuales

Ejemplo 1.1: Tratamiento enzimático con xilanasas y celulasas junto con una etapa ácida antes del blanqueamiento.

30 Se llevó a cabo la primera fase del tratamiento enzimático usando una carga de xilanasas de 0,5 kilogramos de xilanasas/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 75 °C, en un tratamiento de 3 horas, usando una suspensión a una consistencia del 11 %. El segundo tratamiento enzimático se realizó usando una carga de celulasas de 1 kilogramo de celulasas/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7. La etapa ácida se realizó a 90 °C, a un pH de aproximadamente 3 a 4,5 usando ácido sulfúrico o clorhídrico para ajustar el pH, durante 3 horas y a una consistencia del 11 %.

35 Después del tratamiento enzimático, se llevó a cabo un procedimiento para desnaturalizar la enzima, que consistió en el lavado de la celulosa tratada con enzimas, la deshidratación hasta que se consigue una consistencia del 25 al 30 % en peso, el calentamiento del medio de 85 a 95 °C durante 10 a 15 minutos.

40 Los resultados se presentan en la Tabla 1. Los resultados para la condición control se consideraron que eran del 100 %. Los resultados de los tratamientos se presentan como porcentaje en relación con el valor de la condición control original. Los resultados muestran que las aplicaciones individuales de la etapa ácida, xilanasas y celulasas tienen resultados diferentes de acuerdo con las propiedades de las fibras deseadas, en otras palabras, indican las peculiaridades de las propiedades de las fibras.

Tabla 1: Resultados de los tratamientos individualizados para xilanasa, celulasa y etapa ácida comparados con la condición control (mismas condiciones de aplicación, pero sin el ácido o enzimas añadidas).

Características de las fibras	Control	Etapá ácida	Fase con xilanasa	Fase con celulasa
Flexibilidad	100 %	95 %	92 %	106 %
Número de grupos carboxilo	100 %	83 %	73 %	95 %
Índice de tracción	100 %	76 %	72 %	237 %
Resistencia al flujo de la pasta	100 %	99 %	91 %	162 %

5 Las diferencias observadas entre los tres tipos de tratamiento (solo etapa ácida, solo enzimas celulasas o solo enzimas xilanasas) comparado con los resultados de la muestra control muestran que los tres tipos de tratamiento presentan potenciales distinciones de las fibras. La etapa ácida, sin embargo, presentó el efecto más bajo en el drenaje, además de la caída del 24 % en el valor de la tracción (causada por la reducción del 5 % en la flexibilidad de la fibra y la reducción del 17 % en el número de ácidos carboxílicos).

10 En comparación con el tratamiento control, la etapa usando solo xilanasa presentó un potencial significativo para la diferenciación de las características de las fibras, principalmente en el drenaje mejorado de las fibras, que se requiere sumamente para volver el procedimiento de fabricación de las fibras de papel más económicamente atractivo (potencial para la reducción de la energía de secado y/o aumentar el rendimiento).

15 Por otro lado, el tratamiento usando solo celulasa presentó el potencial más alto para la alteración de las características de las fibras de celulosa, principalmente para el aumento del índice de tracción. Un aumento de hasta el 137 % en esta característica indica un potencial significativo para la reducción de los costes en la fabricación de papel (energía, aditivos, etc.), así como para la producción de papel con distintas estructuras. También se observa que la alta posibilidad para la obtención del mejor equilibrio entre la tracción y el drenaje (contrario a la resistencia al flujo de la pasta), en aplicaciones específicas, depende de las posibilidades/limitaciones de las fabricaciones de papel (por ejemplo, limitaciones con la energía, producción, costes y necesidades en la distinción de las estructuras/propiedades del papel).

25 De los resultados mostrados en la Tabla 1, se observa que el requisito tiene en cuenta los resultados de distinción de las fibras obtenidas mediante la etapa ácida, ya que ésta es ya una utilidad industrial en instalaciones modernas para reducir los grupos hexenurónicos (disminución en los costes de blanqueamiento). Los tratamientos enzimáticos, cuando se comparan con la etapa ácida, mostraron una distinción significativa en las características de las fibras (Tabla 2). Se observa que la fase con xilanasa distinguió el drenaje en hasta un 8 %, con una caída mínima en la tracción. Por otra parte, la fase con celulasa distinguió la tracción en hasta un 210 %. Aunque existió (en este caso) una mayor dificultad en el drenaje, puede observarse que el alto espacio para optimizar el aumento en la tracción (deseable por varios fabricantes de papel, y en general alcanzable con gran energía y/o consumo de aditivos de resistencia), se relaciona con el drenaje óptimo.

30 Tabla 2: Resultados para los tratamientos individuales: Xilanasa o celulasa comparado con la etapa ácida.

Características de las fibras	Etapá ácida	Fase con xilanasa	Fase con celulasa
Flexibilidad	100 %	97 %	111 %
Número de grupos carboxilo	100 %	88 %	115 %
Índice de tracción	100 %	94 %	310 %
Resistencia al flujo de la pasta	100 %	92 %	164 %

A partir de este punto, se efectuaron combinaciones entre los tratamientos enzimáticos y la etapa ácida para compararlos en base a los resultados obtenidos solo con el tratamiento con ácido.

Ejemplo 2: Tratamiento enzimático asociado con una etapa ácida

35 **Ejemplo 2.1: Tratamiento enzimático con xilanasa junto con una etapa ácida antes del blanqueamiento.**

En las combinaciones con la etapa ácida, se usó una carga de xilanasa de 0,5 kilogramos de xilanasa/tonelada de celulosa para el tratamiento enzimático, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 75 °C, en un tratamiento de 3 horas y a una consistencia del 11 %. La etapa ácida se llevó a cabo a 90 °C, a un pH de 3 a 4,5,

durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. Tras el tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 %, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos.

- 5 La fase con xilanasa, antes o después del tratamiento con ácido, tenía diferentes resultados en las propiedades de las fibras. Sin embargo, ambos tratamientos presentaron una disminución en el número de ácidos carboxílicos, resistencia a la tracción y al flujo de la pasta. Por ejemplo, se obtuvo la distinción máxima de drenaje (mejora de esta característica en un 12 %, que es significativo desde un punto de vista práctico) mediante la aplicación de la fase con xilanasa antes del tratamiento con ácido. Es importante mencionar que esta situación es perfectamente susceptible para la utilidad industrial. Por otro lado, se observó una mejor combinación entre el drenaje y la tracción en el tratamiento enzimático después de la etapa ácida (que también es posible que se use industrialmente).

Ejemplo 2.2: Tratamiento enzimático con celulasa secuencial y junto con una etapa ácida antes del blanqueamiento

- 15 Se usó una carga de celulasa de 1 kilogramo de celulasa/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 50 °C, en un tratamiento de 3 horas y a una consistencia del 11 % para el tratamiento enzimático. La etapa ácida se llevó a cabo a 90 °C, a un pH de 3 a 4,5, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. Tras el tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 %, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos.

- 20 Una vez más se recalca que los resultados se compararon en base a los datos obtenidos con la etapa ácida. El tratamiento con celulasa, antes o después de la etapa ácida, presentó una alta distinción de las características de las fibras. A modo de ejemplo, se observó que los extremos de distinción se aumentaron hasta un 24 % en la flexibilidad y un 215 % en la tracción, ambos obtenidos durante la aplicación de la fase con celulasa antes de la etapa ácida, que es posible industrialmente. Se observa que la temperatura de la etapa con celulasa no es un impedimento, ya que el equilibrio térmico puede obtenerse usando un intercambiador de calor. Sin embargo, se ha evaluado que el enfoque más práctico y económico es el equilibrio entre la carga de la enzima frente a la temperatura, principalmente para los reactores que contienen reacciones de hasta 3 o más horas.

Ejemplo 2.3: tratamiento enzimático con mezclas de enzimas secuencial y junto con una etapa ácida antes del blanqueamiento

- 30 Para el tratamiento enzimático se usaron las siguientes cargas: 0,5 kilogramos de xilanasa/tonelada de celulosa con 1 kilogramo de celulasa/tonelada de celulosa, aplicadas a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 55 °C, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. La etapa ácida se llevó a cabo a 90 °C, a un pH de aproximadamente 3 a 4,5, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. Tras el tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 %, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos.

- Se observó que la etapa de las enzimas mezcladas, asociada con la etapa ácida, también presentó distinción significativa de las fibras. La distinción extrema (aumento del 29 %) de la flexibilidad y la tracción (aumento del 220 %) de las fibras se obtuvo aplicando la celulasa antes de la etapa ácida. Aunque se observó un aumento en la resistencia al flujo de la pasta de celulosa, es importante considerar que el equilibrio entre la tracción y el drenaje debe buscarse en una forma caso por caso, dependiendo de las necesidades para cada aplicación del papel.

Ejemplo 2.4: Tratamientos enzimáticos secuenciales con xilanasa y celulasa junto con una etapa ácida antes del blanqueamiento

- 45 Para el tratamiento enzimático se usaron las siguientes cargas: 0,5 kilogramos de xilanasa/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 75 °C, en un tratamiento de 3 horas, a una consistencia del 11 %; y 1 kilogramo de celulasa/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 50 °C, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %.

- La etapa ácida se llevó a cabo a 80 °C, a un pH de 3 a 4,5, durante 20 minutos, a una consistencia del 11 %. Tras el tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 %, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos.

- Se observó una diferenciación significativa de las características con estas alternativas de aplicación (las fases enzimáticas secuenciales asociadas con una etapa ácida). Como ejemplo ilustrativo, se observó un aumento del 273 % en la tracción cuando la celulasa se aplicó antes de la fase con xilanasa (la etapa ácida se aplicó después de las fases enzimáticas, aprovechando las condiciones del reactor existentes a una escala industrial: una torre de almacenamiento, un reactor usado para la etapa ácida para la aplicación del segundo tratamiento enzimático y un reactor para el tratamiento oxidativo para realizar la etapa ácida). Por otro lado, se obtuvo la distinción más alta en el

número de grupos carboxilo y el mejor equilibrio entre la tracción y el drenaje con la aplicación de la fase de xilanasas antes de la fase de celulosa.

Ejemplo 2.5: Tratamientos enzimáticos secuenciales con xilanasas a diferentes temperaturas junto con una etapa ácida antes del blanqueamiento

5 Se usó una carga de 0,5 kilogramos de xilanasas/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %, a unas temperaturas de 60 °C, 75 °C y 90 °C para el tratamiento enzimático. La etapa ácida se llevó a cabo a 90 °C, a un pH de 3 a 4,5, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. Tras el tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 %, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos.

10 La asociación de la etapa ácida con la fase enzimática con xilanasas a diferentes temperaturas es un importante mecanismo de diferenciación de las características de las fibras de celulosa. Como ejemplo, el uso de una temperatura de 90 °C en el tratamiento con xilanasas permitió el nivel más alto de distinción de todas las propiedades analizadas para los tratamientos con xilanasas. Las disminuciones de hasta un 11 % en la flexibilidad de las fibras y del 31 % en el número de grupos carboxilo, tenían un impacto positivo en el drenaje (disminución de la resistencia al flujo de la pasta) de hasta el 17 %. Como consecuencia, se observó una disminución en la tracción de hasta un 44 %.

Resumen de los tratamientos aplicados antes del blanqueamiento - asociaciones del tratamiento enzimático con la etapa ácida.

20 La diferenciación en las características de las fibras era significativa, tal como se describe en la Tabla 3.

Tabla 3: Resumen de los resultados de los extremos observados del tratamiento enzimático asociado con una etapa ácida, cuando se aplica antes del blanqueamiento.

Características de las fibras	Aumento de hasta	Disminución de hasta
Flexibilidad	29 %	31 %
Número de grupos carboxilo	15 %	44 %
Índice de tracción	237 %	44 %
Resistencia al flujo de la pasta	109 %	17 %

25 **Ejemplo 3: Tratamiento enzimático aplicado durante la secuencia de blanqueamiento que tiene una etapa ácida.**

Los siguientes son ejemplos de tratamientos enzimáticos aplicados durante el blanqueamiento, en lugar de una extracción alcalina oxidativa, en secuencias de blanqueamiento que tienen una etapa ácida.

Ejemplo 3.1: Aplicación de celulosa, xilanasas o mezclas de las mismas en lugar de la extracción alcalina oxidativa durante el procedimiento de blanqueamiento que tiene una etapa ácida.

30 La etapa ácida se llevó a cabo a 90 °C, a un pH de 3 a 4,5, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. El tratamiento con xilanasas se llevó a cabo usando una carga de 0,5 kilogramos de xilanasas/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 75 °C, durante 1 hora, a una consistencia del 11 %. El tratamiento con celulosa se llevó a cabo usando una carga de 1 kilogramo de celulosa/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 50 °C, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. El tratamiento con la mezcla de xilanasas y celulosa se llevó a cabo usando una carga de 0,5 kilogramos de xilanasas/tonelada de celulosa y 1 kilogramo de celulosa/tonelada de celulosa, a 55 °C, durante 1 hora, a una consistencia del 11 %. Tras el tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 %, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos. El lavado se llevó a cabo usando un factor de dilución de 2,5, la neutralización usando ácido o sosa, dependiendo de la condición del medio para obtener un pH cercano al neutro.

45 La primera etapa de desoxidación se llevó a cabo en 20 minutos, comenzando desde el final de la etapa ácida a 80 °C, a una consistencia del 11 %, con una carga de dióxido de cloro correspondiente a 8 kilogramos de cloro activo/tonelada de celulosa. La etapa "D1" se llevó a cabo usando una carga de dióxido de cloro correspondiente a 27 kilogramos de cloro activo/tonelada de celulosa, a un pH de 3,5 a 4,5, a una temperatura de 80 °C, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. La etapa "EP" se llevó a cabo usando peróxido de hidrógeno de 1 kilogramo por tonelada de celulosa, a un pH de 11,3 a 11,7, a una temperatura de 70 °C durante 1 hora, a una consistencia del

11 %. La etapa "D2" se llevó a cabo usando una carga de dióxido de cloro correspondiente a 1 kilogramo de cloro activo/tonelada de celulosa, a un pH de 5 a 6, a una temperatura de 75 °C, durante 3 horas, a una consistencia del 11%.

5 La aplicación de las enzimas durante la secuencia de blanqueamiento también presentó un alto nivel de distinción en las características de las fibras. Como ejemplos, el uso de la celulasa en lugar de la extracción alcalina después de la etapa con dióxido de cloro elevó la tracción en un 62 %, con un cambio relativamente pequeño en el drenaje (disminución de solo un 8 %). El resumen presentado en la Tabla 4 ejemplifica los extremos en la distinción observada para las aplicaciones de las enzimas en la secuencia de blanqueamiento usando una etapa ácida antes de ésta.

10 Tabla 4 - Resumen de los resultados de los extremos observados en el tratamiento enzimático asociado con una etapa ácida, cuando se aplica en la mitad de la secuencia de blanqueamiento.

Características de las fibras	Aumento de hasta	Disminución de hasta
Flexibilidad	7 %	5 %
Número de grupos carboxilo	No ocurrió	22 %
Índice de tracción	62 %	8 %
Resistencia al flujo de la pasta	8 %	4 %

Ejemplo 4: Tratamiento enzimático aplicado después del blanqueamiento que tiene una etapa ácida

Lo que sigue muestra ejemplos del tratamiento enzimático después del blanqueamiento seguidos de la etapa ácida.

15 **Ejemplo 4.1: Aplicación de xilanasas, celulasa y una mezcla de las mismas después del blanqueamiento que tiene una etapa ácida**

Las secuencias de blanqueamiento del tipo Do EOP D1 EP D2, A Do PO D1 D2 y A Do PO D P tenían la aplicación de xilanasas, celulasa y mezclas de las mismas después de la última etapa de blanqueamiento y antes del secado. La etapa ácida se llevó a cabo a 90 °C, a un pH de 3 a 4,5, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. La primera etapa de desoxidación se llevó a cabo en 20 minutos, a 80 °C, a una consistencia del 11 % con una carga de dióxido de cloro correspondiente a 8 kilogramos de cloro activo/tonelada de celulosa. La etapa "EOP" se llevó a cabo usando un pH de 11,3 a 11,7, a una temperatura de 75 °C, durante 1 hora, con 5 kilogramos de oxígeno/tonelada de celulosa y a una presión de 0,31 MPa, con la adición de 1,5 kilogramos de peróxido de hidrógeno/tonelada de celulosa. La etapa "D1" se llevó a cabo usando una carga de dióxido de cloro que corresponde a 15 kilogramos de cloro activo/tonelada de celulosa, a un pH de 3,5 a 4,5, a una temperatura de 80 °C, durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. La etapa "EP" se llevó a cabo usando una carga de peróxido de hidrógeno de 1 kilogramo por tonelada de celulosa, a un pH de 11,3 a 11,7, a una temperatura de 70 °C, durante 1 hora a una consistencia del 11 %. La etapa "D2" se llevó a cabo usando una carga de dióxido de cloro que corresponde a 1 kilogramo de cloro activo/tonelada de celulosa, a un pH de 5 a 6, a una temperatura de 75 °C, durante 3 horas a una consistencia del 11 %. b) En la secuencia del tipo Do PO D1 D2 o terminada con P. La etapa ácida se llevó a cabo a 90 °C, a un pH de 3 a 4,5, durante 2 horas, a una consistencia del 11 %. La primera etapa de desoxidación se llevó a cabo en 15 minutos, a 90 °C, a una consistencia del 11 % usando una carga de dióxido de cloro correspondiente a 22 kilogramos de cloro activo/tonelada de celulosa. La etapa "PO" se llevó a cabo usando un pH de 11,3 a 11,7, a una temperatura de 80 °C, durante 90 minutos, con 5 kilogramos de oxígeno/tonelada de celulosa y 5 kilogramos de nitrógeno/toneladas de celulosa y a una presión de 0,50 MPa con 3 kilogramos añadidos de peróxido de hidrógeno/tonelada de celulosa. La etapa "D1" se llevó a cabo usando una carga de dióxido de cloro de 5 kilogramos de cloro activo/tonelada de celulosa, a un pH de 3,5 a 4,5, a una temperatura de 80 °C, durante 90 minutos, a una consistencia del 11 %. La etapa "D2" se llevó a cabo usando una carga de dióxido de cloro de 2 kilogramos de cloro activo/tonelada de celulosa, a un pH de 4 a 5, a una temperatura de 80 °C, durante 90 minutos, a una consistencia del 11 %. La etapa "P" se llevó a cabo usando una carga de peróxido de hidrógeno de 2 kilogramos de peróxido de hidrógeno/tonelada de celulosa, a un pH de 10,0 a 10,5, a una temperatura de 80 °C, durante 90 minutos, a una consistencia del 11 %. Se usaron enzimas xilanasas y celulasas disponibles mercado. 0,5 kilogramos de xilanasas/tonelada de celulosa y 1 kilogramo de celulasa/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 55 °C, en un tratamiento de 3 horas, con la suspensión a una consistencia del 11 %. Tras el tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 % en peso, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos.

50 Se observaron aumentos de hasta un 24 % en la tracción, sin una pérdida significativa en el drenaje con la aplicación de celulasa. También se midieron aumentos en el drenaje de hasta un 7 % sin pérdida en la tracción con la aplicación de xilanasas.

Resumen de los tratamientos aplicados después del blanqueamiento con la etapa ácida.

Los extremos en la distinción de las características de las fibras se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5 - Resumen de los resultados de los extremos observados en el tratamiento enzimático cuando se aplica al final de la etapa de blanqueamiento con una etapa ácida.

Características de las fibras	Aumento de hasta	Disminución de hasta
Flexibilidad	3 %	No ocurrió
Número de grupos carboxilo	No ocurrió	22 %
Índice de tracción	24 %	No ocurrió
Resistencia al flujo de la pasta	3 %	7 %

5

Ejemplo 5: Tratamientos enzimáticos aplicados en más de una fase, antes, durante y/o después del blanqueamiento que tiene una etapa ácida

Lo siguiente muestra ejemplos de un tratamiento enzimático aplicado en diferentes fases del procedimiento de blanqueamiento que tiene una etapa ácida.

10 **Ejemplo 5.1: Aplicación de enzimas en más de una fase del procedimiento usando un blanqueamiento que tiene una etapa ácida**

Se usaron las siguientes condiciones experimentales:

- 15 a) Aplicación de enzimas antes del blanqueamiento: uso de una carga de xilanasas de 0,5 kilogramos de xilanasas/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 7 °C, en un tratamiento de 3 horas, a una consistencia de la suspensión del 11 %. El uso de una carga de celulosa de 1 kilogramo de celulosa/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 50 °C en un tratamiento de 3 horas, a una consistencia del 11 %.
- 20 b) Aplicación de enzimas durante la secuencia de blanqueamiento: uso de una carga de xilanasas de 0,5 kilogramos de xilanasas/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 75 °C, en un tratamiento de 1 hora, a una consistencia del 11 %. Uso de una carga de celulosa de 1 kilogramo de celulosa/tonelada de celulosa, a un pH de aproximadamente 7, a una temperatura de 50 °C en un tratamiento de 1 hora, a una consistencia del 11 %.

25 Todos los casos se llevaron a cabo usando una etapa ácida a 90 °C, a un pH de 3 a 4,5 durante 3 horas, a una consistencia del 11 %. Después del tratamiento enzimático, se realizó un tratamiento de desnaturalización de la enzima que consistió en el lavado de la celulosa tratada con la enzima, la deshidratación para una consistencia de hasta el 25 al 30 % en peso, el calentamiento del medio a una temperatura de 85 a 95 °C, durante 10 a 15 minutos.

30 La aplicación de las enzimas en más de una etapa del procedimiento presenta una alta distinción en las fibras, especialmente cuando se usa en el comienzo de y durante la etapa de blanqueamiento. Se observó una mejora de hasta un 9 % en el drenaje con la aplicación de más de una etapa usando xilanasas. Se midió un aumento de hasta un 58 % en la tracción aplicando una fase con xilanasas antes del blanqueamiento y una etapa con mezclas de celulosa y xilanasas durante el blanqueamiento.

Todos los casos estudiados mostraron una tendencia para el mantenimiento de la distinción en las características de las fibras tras el blanqueamiento (antes del secado) con la aplicación de enzimas en el comienzo y/o durante la etapa de blanqueamiento.

35 Los extremos en la distinción de las características de interés de las fibras se muestran en la Tabla 6.

Resumen de los tratamientos aplicados en más de una etapa del procedimiento, para el blanqueamiento con una etapa ácida.

Tabla 6 - resumen de los resultados de los extremos observados en el tratamiento enzimático aplicado en más de una etapa del procedimiento.

Características de las fibras	Aumento de hasta	Descenso de hasta
Flexibilidad	2 %	3 %
Número de grupos carboxilo	No ocurrió	27 %

ES 2 580 167 T3

(continuación)

Características de las fibras	Aumento de hasta	Descenso de hasta
Índice de tracción	58 %	27 %
Resistencia al flujo de la pasta	7 %	9 %

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento de producción de fibras de celulosa, **caracterizado por** comprender la asociación de al menos un tratamiento enzimático con al menos una etapa ácida, en el que el tratamiento enzimático está **caracterizado porque** el tiempo de retención durante el tratamiento enzimático varía de 40 a 240 minutos, el pH del medio varía de 5,5 a 8,5 y la temperatura del medio varía de 40 a 90 °C, y la carga de enzima hidrolítica varía de 0,10 a 2,0 kilogramos de enzima/tonelada de celulosa; y la etapa ácida está **caracterizada porque** el tiempo de retención varía de 20 a 200 minutos, la temperatura en el medio varía de 80 a 95 °C y el pH del medio varía de 3 a 4,5; y
- 10 en el que la etapa ácida se aplica secuencialmente antes o después del tratamiento enzimático durante el procedimiento para la obtención de fibras de celulosa, y en el que el tratamiento enzimático usa al menos una enzima hidrolítica, seleccionada del grupo que consiste en celulasas, xilanasas y mezclas de las mismas.
2. Un procedimiento de producción de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el tratamiento enzimático usa una mezcla de enzimas celulasas y xilanasas.
- 15 3. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la temperatura del medio durante el tratamiento enzimático varía de 40 a 80 °C cuando la enzima hidrolítica es celulasa.
4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la temperatura del medio durante el tratamiento enzimático varía de 40 a 80 °C cuando la enzima hidrolítica es una mezcla de xilanasas y celulasas.
- 20 5. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el tratamiento enzimático se aplica antes de la secuencia de blanqueamiento de las fibras y el tiempo de retención es de 40 a 240 minutos.
- 25 6. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el tratamiento enzimático se aplica después de la secuencia de blanqueamiento de las fibras de celulosa y el tiempo de retención es de 40 a 240 minutos en un reactor antes del procedimiento de secado de celulosa de mercado.
7. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el tratamiento enzimático se aplica durante la secuencia de blanqueamiento para diferenciar las propiedades de las fibras de celulosa.
- 30 8. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** la asociación entre el tratamiento enzimático y la etapa ácida ocurre con o sin lavado de las fibras de celulosa entre las mismas.
9. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** las fibras usadas son fibras de celulosa del mercado del eucalipto.