

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 703 048**

51 Int. Cl.:

C08B 37/14 (2006.01)

B01J 8/02 (2006.01)

D21C 3/02 (2006.01)

C01D 1/04 (2006.01)

C01F 11/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.03.2013 PCT/FI2013/050338**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.10.2013 WO13144446**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.03.2013 E 13768365 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.09.2018 EP 2831123**

54 Título: **Un método y un sistema para aislar xilano de material vegetal, así como xilano, carbonato de calcio y fibra de celulosa**

30 Prioridad:

27.03.2012 FI 20125345

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

06.03.2019

73 Titular/es:

UPM-KYMMENE CORPORATION (50.0%)

Alvar Aallon katu 1

00100 Helsinki, FI y

STORA ENSO OYJ (50.0%)

72 Inventor/es:

KROGERUS, BJÖRN;

FUHRMANN, AGNETA y

LAINÉ, CHRISTIANE

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 703 048 T3

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

DESCRIPCIÓN

Un método y un sistema para aislar xilano de material vegetal, así como xilano, carbonato de calcio y fibra de celulosa

5 Campo de la Invención
 La invención se refiere a un método y a un sistema para aislar xilano de material vegetal y al xilano. La invención también se refiere al carbonato de calcio y a la fibra de celulosa. La invención se refiere, además, al uso de xilano preparado por un método de acuerdo con la invención como agente auxiliar o aditivo, preferiblemente en la
 10 fabricación de fibra basada en celulosa, en la fabricación de papel, en un producto alimenticio o en un producto cosmético, así como al uso de xilano como agente espesante, como emulsionante o como agente de recubrimiento.

Antecedentes de la Invención
 15 Las hemicelulosas son heteropolisacáridos que están presentes en las plantas y, por lo general, son hidrosolubles y amorfas. Junto con la lignina, controlan el contenido de agua en las paredes celulares de las plantas. El contenido y la composición de las hemicelulosas varían entre las diferentes plantas. Por ejemplo, en los árboles, el contenido de hemicelulosa suele ser de aproximadamente 20 a 35 % en peso del peso seco de la madera, y los principales tipos de hemicelulosas de madera son el glucomanano y el xilano. En la industria, las hemicelulosas se pueden usar como tales o se pueden refinar —por ejemplo, como azúcares. El uso de hemicelulosas está limitado por el hecho
 20 de que normalmente es difícil aislarlas del material vegetal con un buen rendimiento.

Breve compendio de la Invención
 La presente invención describe un nuevo método y sistema para aislar el xilano del material vegetal, preferiblemente de la madera dura, así como también, el xilano, la fibra de celulosa y el carbonato de calcio aislados por el método.
 25 Además, se describe el uso del xilano aislado por un método de acuerdo con la invención como un aditivo, con preferencia, en la fabricación de fibra basada en celulosa, en la fabricación de papel, en un producto alimenticio o en un producto cosmético, así como también, el uso del xilano aislado por el método según la invención como agente espesante, como emulsionante o como agente de recubrimiento.

30 La presente invención posibilita aislar el xilano del material vegetal que contiene el xilano, de una manera rentable. En el enfoque de acuerdo con la invención, por lo general, se usan sustancias económicas —como el hidróxido de sodio (NaOH), el dióxido de carbono (CO₂) y el hidróxido de calcio (Ca(OH)₂)— para aislar el xilano del material vegetal.

35 El método según la invención para aislar el xilano se presentará en la reivindicación 1. El xilano según la invención se presentará en la reivindicación 9. La fibra de celulosa según la invención se presentará en la reivindicación 10. El carbonato de calcio según la invención se presentará en la reivindicación 11. El sistema según la invención para aislar el xilano se presentará en la reivindicación 12. El uso de xilano según la invención se presentará en las reivindicaciones 13 a 17.

40 El método según la invención comprende una o más de las etapas enumeradas a continuación: en otras palabras, la invención comprende una, dos, tres, cuatro, cinco, seis, siete, ocho, nueve, diez, once o la totalidad de las doce etapas descritas a continuación:

- 45 - Extracción alcalina de fibras de celulosa. En la extracción alcalina, el xilano se extrae de las fibras de celulosa a una solución de extracción, es decir, el denominado disolvente, por medio de hidróxido de sodio. Por lo tanto, el xilano se transfiere a la solución de extracción utilizada para la extracción. En consecuencia, la solución del extracto resultante comprende tanto la solución de extracción como el xilano disuelto en ella.
- 50 - La etapa de aislar las fibras de celulosa, en donde las fibras de celulosa se aíslan de la solución del extracto que contiene xilano e hidróxido de sodio.
- La etapa de lavar las fibras de celulosa.
- La etapa de precipitar el xilano. En esta etapa, el xilano en la solución del extracto se hace precipitar por medio de dióxido de carbono. Como resultado de la precipitación, se obtienen xilano precipitado y el denominado abrillantador.
- 55 - La etapa de aislar el xilano precipitado, en la que el xilano se aísla de dicha mezcla que comprende abrillantador y xilano precipitado.
- Purificar el xilano precipitado, lo cual puede comprender una o más etapas de lavado.
- Incrementar el contenido seco del xilano precipitado.
- La etapa de precipitar el carbonato de calcio. En esta etapa, se añade hidróxido de calcio a dicho abrillantador, para hacer precipitar el carbonato de calcio. Como resultado de la reacción, también se forma
 60 hidróxido de sodio.
- La etapa de aislar el carbonato de calcio precipitado. En esta etapa, el carbonato de calcio se aísla del hidróxido de sodio.
- Purificar el carbonato de calcio precipitado, lo cual puede comprender una o más etapas de lavado.
- 65 - Purificar el hidróxido de sodio, es decir, aumentar el grado de pureza y/o la concentración de hidróxido de

sodio.

- Hacer recircular el hidróxido de sodio, etapa en la cual se hace recircular el hidróxido de sodio, por ejemplo, a la etapa de extraer el xilano.

5 El sistema según la invención comprende lo siguiente:

- Un equipo de extracción para extraer xilano por medio de hidróxido de sodio, de tal manera que se forme una solución del extracto que comprenda xilano e hidróxido de sodio y/o
- Un primer medio de aislamiento, para aislar las fibras de celulosa de la solución del extracto y/o
- 10 - Un primer medio de lavado para lavar las fibras de celulosa y/o
- Un primer medio de adición, para añadir dióxido de carbono a la solución del extracto, para precipitar el xilano y para convertir la solución del extracto en un abrillantador y/o
- Un segundo medio de aislamiento para aislar el xilano precipitado del abrillantador y/o
- Un segundo medio de lavado para aumentar el grado de pureza del xilano precipitado y/o
- 15 - Un primer medio de secado para aumentar el contenido seco de xilano precipitado y/o
- Un segundo medio de adición para añadir hidróxido de calcio y para hacer precipitar el carbonato de calcio, así como para formar hidróxido de sodio y/o
- Un tercer medio de aislamiento para aislar el carbonato de calcio precipitado de la mezcla y/o
- Un tercer medio de lavado para aumentar el grado de pureza del carbonato de calcio y/o
- 20 - Un segundo medio de secado para aumentar el contenido seco de carbonato de calcio precipitado y/o
- Un medio para aumentar el grado de pureza y/o la concentración del hidróxido de sodio, por ejemplo, medios para implementar la nanofiltración y/o la evaporación y/o
- Un medio de recirculación para hacer recircular el hidróxido de sodio. Preferiblemente, al hidróxido de sodio se lo hace recircular nuevamente a la etapa de extracción de xilano.

25 En el método según la invención, el xilano se aísla del material vegetal que contiene xilano, ventajosamente de una madera dura. Con preferencia, el xilano se aísla del abedul y/o del eucalipto. Con preferencia, al material vegetal, a partir del cual se aísla el xilano, se lo trata químicamente con el fin de reducir el contenido de lignina. En otras palabras, es preferible que el material sea fibra de celulosa desfibrada químicamente o la denominada pulpa.

30 Gracias al hidróxido de sodio utilizado en la extracción, se puede disolver un contenido suficiente de xilano en la solución de extracción y claramente se lo puede comparar mejor, por ejemplo, con la disolución del xilano por medio de hidróxido de calcio. Mediante el método según la invención, es posible lograr un proceso rentable y aplicable industrialmente para aislar el xilano del material vegetal que contiene xilano, preferiblemente de una madera dura. El carbonato de calcio precipitado y las fibras de celulosa también se obtienen como productos en el mismo proceso. Las ventajas de la invención incluyen, entre otras cosas, productos químicos auxiliares típicamente de bajo costo, como el CO₂, el Ca(OH)₂ y el alumbre, que pueden usarse como un auxiliar en la floculación del xilano, así como la reciclabilidad del NaOH utilizado en la extracción de la pulpa, para su reutilización.

40 El xilano preparado por el método según la invención se puede usar, por ejemplo, como agente auxiliar en el proceso de fabricación de papel o cartón. El xilano también se puede usar, por ejemplo, en un producto alimenticio, en un producto cosmético, como un agente espesante, como un emulsionante o como un agente de recubrimiento.

Descripción de los dibujos

45 A continuación, la invención se describirá con más detalle con referencia al dibujo adjunto, en el que la figura 1 muestra un sistema según una realización para aislar xilano, en una vista esquemática reducida.

Descripción detallada de la Invención

En esta solicitud, se hace referencia a la figura 1, en la que se utilizan los siguientes números de referencia:

- 50 10. Fibras de celulosa que contienen xilano.
- 11. Fibras de celulosa que tienen un contenido reducido de xilano.
- 12. Xilano precipitado.
- 13. Carbonato de calcio precipitado CaCO₃.
- 55 14. Dióxido de carbono CO₂.
- 15. Hidróxido de sodio NaOH.
- 16. Hidróxido de calcio.
- 17. Solución de extracción.
- 18. Abrillantador que contiene carbonato de sodio Na₂CO₃.
- 60 20. Extracción alcalina.
- 21. Aislamiento de fibras de celulosa.
- 22. Precipitación del xilano.
- 23. Aislamiento del xilano.
- 24. Precipitación de carbonato de calcio.
- 65 25. Aislamiento de carbonato de calcio.

En la presente solicitud, la frase “solución de extracción” se refiere a la solución utilizada para la extracción —el denominado disolvente— en la que uno o más compuestos se transfieren desde el material de origen durante la extracción. La solución de extracción utilizada es hidróxido de sodio 15.

5 En la presente solicitud, la expresión “solución del extracto” 17 se refiere a la solución que contiene dicha solución de extracción y xilano.

10 En la presente solicitud, el término “abrillantador” 18 se refiere a la solución que contiene carbonato de sodio.

En la presente solicitud, la frase “fibra de celulosa que contiene xilano” 10 se refiere a fibras de plantas no tratadas, que contienen xilano. Más ventajosamente, las fibras de celulosa son fibras de madera blanda, con preferencia, fibras de abedul y/o fibras de eucalipto. Ventajosamente, la proporción de fibras de madera dura es al menos el 80 %, más ventajosamente, al menos el 90 %, de todas las fibras de celulosa. El xilano está presente naturalmente, entre otras cosas, en las partes internas de las fibras de madera dura. El contenido de fibras de abedul y/o fibras de eucalipto (en contenido seco) es ventajosamente de al menos 50 % en peso, más ventajosamente, de al menos 70 % en peso y lo más ventajosamente, de al menos 90 % en peso de todas las fibras de celulosa. Ventajosamente, se utilizan fibras de celulosa de madera dura, con preferencia, abedul y/o eucalipto.

20 La pulpa de abedul blanqueada es una excelente fuente de xilano. En el abedul, el xilano está particularmente puro, porque el 98 % de las hemicelulosas en el abedul consiste en xilano. Además, el abedul tiene un contenido excepcionalmente alto de xilano y, por lo tanto, el rendimiento del xilano obtenido a partir del abedul es alto, hasta aproximadamente el 10 % del contenido seco de la madera. Gracias a esto, por ejemplo, la pulpa de madera dura, que consiste en fibras de madera desfibradas químicamente sin refinar o ligeramente refinadas, puede usarse en el

25 enfoque según la invención. Las fibras de celulosa según la invención pueden comprender fibras de celulosa sin refinar, ligeramente refinadas y/o trituradas mientras están mojadas. De acuerdo con un ejemplo ventajoso, el valor de Schopper-Riegler (SR) de la pasta de celulosa utilizada como materia prima de la fibra varía en el intervalo de 10 a 40, por ejemplo, de 15 a 30.

30 En la etapa de extracción alcalina 20, las fibras de celulosa se extraen con hidróxido de sodio 15 para disolver el xilano de dichas fibras en la solución de extracción, donde se disuelve el xilano de las fibras de celulosa en la solución de extracción. Por lo tanto, el xilano también se disuelve típicamente de las partes internas de las fibras. Las fibras de celulosa fabricadas por el método según la invención tienen un contenido reducido de xilano. De acuerdo con un ejemplo ventajoso, la extracción de xilano continúa hasta que se haya extraído del 2 al 100 %, más ventajosamente del 5 al 50 % y, preferiblemente, del 7 al 25 % del xilano en las fibras, desde las fibras hacia la solución de extracción.

35 De acuerdo con un ejemplo ventajoso, la extracción 20 se realiza con una consistencia de fibra de aproximadamente 10 %, por ejemplo, del 3 al 25 %. En un ejemplo, la extracción 20 se realiza con una consistencia de fibra del 3 al 5 %. En otro ejemplo, la extracción 20 se realiza con una consistencia de fibra del 5 al 15 %.

40 En el enfoque según la invención, el xilano se extrae de las fibras de celulosa utilizando hidróxido de sodio 15. Ventajosamente, la extracción 20 se realiza con hidróxido de sodio (NaOH) 0,25 a 1,25 M, más ventajosamente con hidróxido de sodio 0,5 a 1,0 M. En un ejemplo ventajoso, el tiempo de extracción a temperatura ambiente (por ejemplo, a una temperatura de 18 a 27 °C) es de aproximadamente una hora, por ejemplo, de 45 a 90 minutos. El pH de la mezcla formada después de la extracción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 12 a 13.

45 Después de esto, la solución del extracto 17 que contiene xilano se aísla de las fibras de celulosa: este aislamiento 21 de las fibras de celulosa puede llevarse a cabo, por ejemplo, utilizando un filtro, como la denominada malla metálica: se recuperan las fibras de celulosa aisladas 11, que tienen un contenido reducido de xilano, después de lo cual se pueden lavar. Las fibras de celulosa fabricadas por el método según la invención y que tienen un bajo contenido de xilano se pueden usar, por ejemplo, en un proceso de fabricación de papel.

50 El xilano se hace precipitar 22 añadiendo un gas que contiene dióxido de carbono 14, preferiblemente dióxido de carbono gaseoso 14, a la solución del extracto que contiene xilano después de la extracción. A partir de la solución del extracto, el xilano se hace precipitar típicamente como un polímero blanco. Además, como resultado de la reacción, el carbonato de sodio se forma de la siguiente manera:



El grado de pureza del dióxido de carbono 14 utilizado para precipitar 22 el xilano varía preferiblemente entre 10 y 100 %. La precipitación 22 del xilano con dióxido de carbono 14 se realiza de tal manera que la etapa de precipitación se inicie en una solución de extracción fuertemente alcalina. A medida que avanza la precipitación, el

65 pH de la solución de extracción disminuye, gracias a la adición de dióxido de carbono 14. Preferiblemente, el pH de

la mezcla se mantiene alcalino (pH >7) durante toda la precipitación de xilano. Ventajosamente, el dióxido de carbono 14 se añade hasta que el pH de la mezcla está entre 7,5 y 10,5, preferiblemente entre 9 y 10. En un ejemplo, la precipitación 22 de xilano se intensifica añadiendo un componente para intensificar la precipitación a la mezcla. En un ejemplo, la llamada alumbre o poliacrilamida (PAM) catiónica se añade como un agente floculante a la solución.

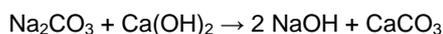
Después de esto, la solución restante, es decir, el denominado abrillantador 18 y el xilano 12 se separan entre sí lo mejor posible, en la etapa de aislamiento del xilano 23. La etapa 23 de aislamiento del xilano precipitado 12 puede llevarse a cabo, por ejemplo, permitiendo que el abrillantador 18 que contiene el xilano precipitado 12, se asiente durante varias horas, por ejemplo de 1 a 8 horas. De este modo, el xilano 12 precipitado se asienta sobre el fondo del espacio de sedimentación, como por ejemplo, un contenedor, del cual se recupera dicho xilano sedimentado 12. De un modo alternativo, la etapa 23 de separación del xilano precipitado 12 puede llevarse a cabo, por ejemplo, por centrifugación. De un modo adicional o alternativo, la etapa 23 de separación del xilano 12 precipitado puede llevarse a cabo, por ejemplo, aplicando una técnica de filtrado.

Es posible continuar con el tratamiento del xilano precipitado aislado 12, por ejemplo, lavándolo con un líquido, ventajosamente con agua y/o acetona y/o etanol. El xilano precipitado también puede someterse al denominado tratamiento de diálisis para eliminar las sales.

Por último, preferiblemente, el contenido seco de xilano 12 vuelve a aumentarse hasta que el contenido seco alcanza un nivel predeterminado. Preferiblemente, el secado se lleva a cabo mediante el denominado secado por pulverización y/o liofilizado.

Al abrillantador 18 restante, se le añade hidróxido de calcio 16 para precipitar 24 el carbonato de calcio. Preferiblemente, la mezcla se agita después de la adición de hidróxido de calcio 16. Después de esto, se puede dejar que la mezcla se asiente. Finalmente, se aísla el precipitado de carbonato de calcio precipitado 13.

El contenido de hidróxido de calcio a añadir puede ser, por ejemplo, de alrededor de 0,5 mol por mol de NaOH. En un ejemplo, el contenido de hidróxido de calcio a añadir es de 0,2 a 1,0 mol por mol de NaOH. La adición de hidróxido de calcio 16 al abrillantador 18 no solo precipita el carbonato de calcio sino que también convierte el carbonato de sodio, formado con relación a la precipitación de xilano, en hidróxido de sodio. La reacción, en la que el hidróxido de calcio 16 reacciona con el carbonato de sodio formado, de tal manera que se obtengan el carbonato de calcio precipitado (PCC, *precipitated calcium carbonate*) 13 y el hidróxido de sodio 15 como productos finales, es la siguiente:



Como resultado de la reacción, el pH típicamente se eleva a un valor aproximado de 13.

Las condiciones de reacción del PCC 13, por las cuales es posible afectar el tamaño y la calidad de las partículas (temperatura, pH, tiempo, concentración, entre otras cosas), se determinan, preferiblemente, de manera tal de obtener el tamaño y la forma predeterminados deseados del PCC 13.

Después de la precipitación 24 del carbonato de calcio, el contenido seco del carbonato de calcio precipitado aumenta; es decir, el hidróxido de sodio 15 se retira de la mezcla, para el aislamiento 25 del carbonato de calcio. Esto puede llevarse a cabo, por ejemplo, mediante una técnica de filtrado o por centrifugación. Preferiblemente, el hidróxido de sodio retirado se recupera y se recicla de manera parcial o total.

El hidróxido de sodio 15 recuperado del proceso se puede reutilizar —por ejemplo, para la extracción de xilano— o se puede trasladar a otro proceso o se puede recuperar para otro uso adicional. Dicho filtrado recuperado del proceso se puede tratar, para aumentar el grado de pureza del hidróxido de sodio.

Gracias a la invención, es posible separar el xilano de las fibras vegetales, preferiblemente, de las fibras de madera dura. Al mismo tiempo, en el proceso según la invención, pueden producirse carbonato de calcio precipitado y fibras de celulosa para necesidades industriales. El hidróxido de sodio 15 necesario en el proceso según la invención puede hacerse recircular al menos parcialmente en el proceso. El método según la invención es particularmente adecuado para aislar el xilano de la pulpa blanqueada del abedul y/o de la pulpa del eucalipto. En un ejemplo, la extracción del xilano se realiza en relación con el blanqueo de la fibra, preferiblemente en relación con la última etapa de blanqueo.

La invención no se limita a los ejemplos presentados en la figura 1 con exclusividad y a la descripción anterior, sino que la invención se caracteriza por lo que se presentará en las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para aislar el xilano del material vegetal, en donde se utilizan fibras de celulosa que contienen xilano, ventajosamente, fibras de celulosa de madera dura, y en donde dicho método comprende lo siguiente, en el orden detallado a continuación:
- extraer (20) xilano de dichas fibras de celulosa por medio de hidróxido de sodio, para formar una solución del extracto (17) que contiene xilano,
 - 10 - retirar las fibras de celulosa de dicha mezcla que comprende fibras de celulosa y solución del extracto (17), para aislar dicha solución del extracto (17) de dicha mezcla,
 - añadir dióxido de carbono (14) a dicha solución del extracto (17) para hacer precipitar el xilano, por lo que se forman un abrillantador líquido (18) y xilano precipitado (12),
 - separar dicho abrillantador (18) de la mezcla, para aislar el xilano de dicha mezcla,
 - 15 - añadir hidróxido de calcio (16) a dicho abrillantador (18), para formar carbonato de calcio precipitado e hidróxido de sodio líquido (15), y
 - retirar el hidróxido de sodio de dicha mezcla que contiene hidróxido de sodio y carbonato de calcio precipitado, para aislar el carbonato de calcio de dicha mezcla.
- 20 2. El método según la reivindicación 1, caracterizado por que al menos el 90 % de dichas fibras vegetales son fibras de celulosa blanqueadas, convertidas en pulpa por medios químicos, de madera dura.
3. El método según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que al menos el 50 % de dichas fibras vegetales son fibras de celulosa de abedul y/o eucalipto.
- 25 4. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el hidróxido de sodio se hace recircular para su reutilización en el proceso, preferiblemente, para extraer xilano.
5. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el método comprende añadir dióxido de carbono para precipitar el xilano, hasta que el pH de la mezcla se ubique entre 7,5 y 10.
- 30 6. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el método está integrado en la fabricación de pulpa química, que comprende una o más etapas de blanqueo, en donde dicha extracción (20) se realiza con relación a la última etapa de blanqueo de dichas fibras de celulosa o después de ella.
- 35 7. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por la extracción del 5 al 50 % del xilano contenido en dichas fibras de celulosa.
8. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que dichas fibras de celulosa se han refinado y el grado de refinación de las fibras de celulosa al comienzo de la extracción varía entre 10 y 40 en la escala numérica de Schopper Riegler (SR).
- 40 9. Un sistema para aislar xilano de material vegetal que contiene xilano, en donde el sistema comprende lo siguiente:
- 45 - un equipo de extracción para extraer xilano por medio de hidróxido de sodio, de tal manera que se forme una solución del extracto (17) que comprenda xilano e hidróxido de sodio,
 - un primer medio de aislamiento, para aislar las fibras de celulosa de la solución del extracto,
 - un primer medio de adición, para añadir dióxido de carbono a la solución del extracto, para precipitar el xilano y para formar un abrillantador (18), a partir de la solución del extracto,
 - 50 - un segundo medio de aislamiento para aislar el xilano precipitado (12) del abrillantador (18),
 - un segundo medio de adición para añadir hidróxido de calcio (16), en donde se forman carbonato de calcio precipitado (13) e hidróxido de sodio y
 - un tercer medio de aislamiento para aislar el carbonato de calcio precipitado (13) de la mezcla.

