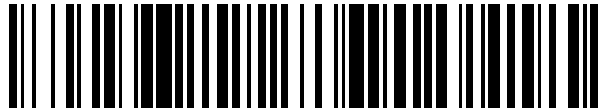


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 730 381**

51 Int. Cl.:

**D21C 9/00** (2006.01)

**D21H 11/20** (2006.01)

**D21C 5/02** (2006.01)

**D01F 2/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.09.2013 PCT/FI2013/050892**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.03.2014 WO14041251**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.09.2013 E 13836496 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2019 EP 2895653**

54 Título: **Método para producir pasta para disolver, pasta para disolver y uso del método**

30 Prioridad:

**14.09.2012 FI 20125953**

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

**11.11.2019**

73 Titular/es:

**INFINITED FIBER COMPANY OY (100.0%)  
Korpikallio 10  
02300 Espoo, FI**

72 Inventor/es:

**ASIKAINEN, SARI;  
MÄÄTTÄNEN, MARJO;  
HARLIN, ALI;  
VALTA, KYÖSTI y  
SIVONEN, EINO**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 730 381 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

Método para producir pasta para disolver, pasta para disolver y uso del método

La presente invención se refiere a pastas para disolver. En particular, la invención se refiere a un método de producción de pastas para disolver según el preámbulo de la reivindicación 1.

- 5 En un método del presente tipo, una materia prima celulósica se somete, opcionalmente después de una etapa de pretratamiento que comprende reducir el contenido de lignina o hemicelulosas o ambos, a extracción alcalina en frío.

La presente invención también se refiere a usos del método.

- 10 La demanda de pastas para disolver ha aumentado durante los últimos años. En particular, las pastas para disolver son muy buscadas como materia prima para fibras especiales, y como la demanda ha superado la oferta, el precio de las existencias de pasta para disolver adecuada se ha disparado. Al mismo tiempo, el suministro de materias primas que compiten, tales como el algodón, se ha limitado.

- 15 Típicamente las pastas para disolver se producen directamente a partir de materias primas de madera por métodos de cocción adecuados que están particularmente diseñados para hacer pastas para disolver. También se describen en la bibliografía diferentes planteamientos para convertir las pastas de papel industrial en pasta para disolver, p. ej., extracción con agentes alcalinos y opcionalmente tratamientos enzimáticos con hemicelulasas para separar hemicelulosas, tales como el xilano, de las pastas. En relación con esto, se hace referencia a Hyatt, J., Fengel, R., Edgar, J. y Alvarez, M., *Process for the co-production of dissolving-grade pulp and xylan*, y solicitud de patente internacional n° WO 9816682.

- 20 La patente de EE.UU. n° 6 254 722 describe un método para producir pastas para disolver a partir de fibras celulósicas, más en particular a partir de papel usado reciclado formado por recortes de sobres y papeles de registro, en donde la fuente de fibras se somete a una extracción con hidróxido de sodio acuoso con el fin de eliminar o degradar las hemicelulosas a una temperatura de aproximadamente 23°C.

Por lo tanto, el método se basa en una clase específica de materia prima celulósica, en la práctica exenta de lignina, que no es particularmente abundante.

- 25 El documento WO 2010/104458 se dirige a un procedimiento para combinar la producción de productos de fibras celulósicas a partir de fibras lignocelulósicas vírgenes tales como madera y paja en una fábrica de pasta kraft, al sulfito o a la sosa AQ, con un procedimiento para disolver celulosa usando un nuevo sistema disolvente, en donde al menos una parte de los productos químicos disolventes de celulosa gastados se recuperan en una o más operaciones unitarias en el ciclo de recuperación química de la fábrica de pasta.

- 30 El documento EP 0 637 351 describe la preparación de una variedad de productos de papel sin fibra de madera y blancos a partir de papel reciclable y productos de cartón que tienen un bajo contenido de lignina.

Un objetivo de la presente invención es proporcionar pastas para disolver a partir de fibras celulósicas recicladas que están disponibles en grandes volúmenes y que forman una materia prima barata.

- 35 En particular, un objetivo de la presente invención es proporcionar pastas para disolver a partir de fibras celulósicas recicladas que ya están degradadas en términos de propiedades mecánicas y que típicamente contienen compuestos y suciedad difíciles de separar.

- 40 La presente invención se basa en el concepto de usar como una materia prima celulósica para la producción de pastas para disolver o productos fibrosos similares, que pueden ser sometidos a disolución con reactivos de disolución, papeles o cartones reciclados o reutilizados que contienen celulosa, lignina y hemicelulosas. Los papeles o cartones reciclados o reutilizados también pueden contener cargas, metales, finos y otras impurezas. Dicha materia prima se modifica, si es necesario, para proporcionar una materia prima fibrosa que tiene un contenido de lignina de bajo a modesto y un contenido de cenizas bajo. La materia prima fibrosa después se somete a extracción alcalina en frío para reducir la concentración de hemicelulosas, y a un tratamiento de blanqueo con un reactivo químico oxidante para reducir el contenido de lignina, y el material fibroso así obtenido se recupera como pasta.

- 45 El método se puede usar para preparar pasta para la producción de fibras, películas y espumas celulósicas regeneradas, productos de fibras impregnadas, y para la producción de derivados celulósicos, y para la producción de nanoprodutos celulósicos. Las aplicaciones particularmente interesantes están en el campo de la producción de productos celulósicos regenerados por el procedimiento de viscosa, procedimiento NMMO, procedimientos enzimáticos y el procedimiento de carbamato.

- 50 Más específicamente, el método de la presente invención se caracteriza principalmente por lo que se expone en la parte de caracterización de la reivindicación 1.

Los usos de acuerdo con la presente invención se caracterizan por lo que se expone en las reivindicaciones 13 y 14.

- Se obtienen considerables ventajas mediante la presente invención. Por lo tanto, se ha encontrado que las fibras recicladas para papel y productos de cartón sirven como materia prima para pastas para disolver. Basándose en los resultados obtenidos, las pastas para disolver producidas por la presente tecnología tienen propiedades comparables con o incluso superiores a las pastas de referencia comerciales usadas por referencia. Por ejemplo, la pasta de acanalado reciclado daba pastas para disolver que tienen excelentes propiedades en términos del valor de Fock y se podrían usar para producir fibras regeneradas, como se pone de manifiesto por el ensayo de hilatura excesiva, y películas.
- Los papeles de imprimir no recubiertos (papeles de oficina) también eran útiles y daban buenos resultados cuando la pasta se disolvía usando productos químicos de disolución tales como ácido carbámico.
- La presente invención que usa fibras recicladas para preparar pastas para disolver representa un paso importante hacia una industria textil no contaminante y más sostenible.
- La presente invención proporciona la fabricación de otros productos distintos de, p. ej., papel, cartón y productos tradicionales similares, que se preparan a partir de materias primas inmediatas. El material de celulosa de las fibras usadas se puede recuperar y someter a modificación química para proporcionar productos químicos de celulosa o fibra regenerada. Estos objetivos imponen altas exigencias a la calidad de la celulosa.
- En la presente invención, las fibras recicladas presentan propiedades mecánicas que se debilitan y que típicamente contienen sustancias e impurezas y suciedad que son difíciles de separar. De forma convencional, la dispersión de fibras recicladas se dirige a descomponer la tinta de impresión y compuestos pegajosos y otras impurezas en compuestos más pequeños y a separarlos de las fibras para permitir separarlos de la pasta fibrosa en una etapa posterior. Estos tipos de etapas de procesamiento convencionales no son suficientes para proporcionar fibras adecuadas para los objetivos mencionados antes, tales como la pasta para disolver.
- A continuación, la invención se examinará con más detalle con referencia a una serie de ejemplos de trabajo.
- En los dibujos adjuntos,
- La figura 1 muestra el esquema del procedimiento para una realización de un método de preparación de pasta para disolver a partir de papel de imprimir destintado de acuerdo con la presente tecnología;
- La figura 2 muestra el esquema del procedimiento correspondiente para una realización de un método, de acuerdo con la presente tecnología, de preparación de pasta para disolver a partir de cartón; y
- La figura 3 muestra de forma esquemática una línea de hilatura que consiste en tres cilindros de tracción, un baño de estiramiento con agua desmineralizada caliente, dos baños de lavado con agua desmineralizada fría y un colector de fibras.
- Como se ha descrito antes, el presente método de producción de pasta para disolver a partir de materia prima fibrosa reciclada, comprende en combinación las siguientes etapas:
- proporcionar un material fibroso que comprende celulosa, lignina y hemicelulosa, teniendo dicha fuente de fibra además un contenido de lignina de 0.1 a 7% de lignina y un contenido de cenizas de hasta 3%;
  - someter el material fibroso a una extracción alcalina a una temperatura de aproximadamente 0 a 25°C, para producir fibras que tienen un contenido reducido de hemicelulosa;
  - someter las fibras así obtenidas a un tratamiento de blanqueo llevado a cabo con reactivos químicos oxidantes con el fin de reducir el contenido de lignina de las fibras; y
  - recuperar las fibras así obtenidas.
- En una realización preferida, la materia prima fibrosa reciclada se selecciona de papel reciclado y productos de cartón reciclado y combinaciones de los mismos, que comprenden al menos 1%, típicamente al menos 5%, y en particular de 7 a 50% en peso de materiales de fibra lignocelulósica. Los ejemplos de materiales de materia prima adecuados son los siguientes: papeles de oficina y otros papeles de imprimir que típicamente no están recubiertos, papeles de sobres, cartones de una capa o de varias capas, hojas acanaladas y de revestimiento de cartones corrugados, y cajas de cartón plegables. En una realización particular, los papeles reciclados se seleccionan de papeles de oficina, y los productos de cartón reciclado se seleccionan de recortes de revestimientos. Como se describirá a continuación, el papel o producto de cartón reciclado se puede destintar de forma convencional antes del procesamiento posterior.
- El material fibroso típicamente comprende al menos 50% en peso de fibras celulósicas. Las fibras pueden consistir en hasta 100% en peso de fibras de celulosa (sin fibra de madera). Típicamente, las fibras del material fibroso están formadas por mezclas de fibras obtenidas por reducción a pasta química y mecánica. En una realización, el material fibroso comprende de 50 a 95% en peso de fibras de reducción a pasta química y de 5 a 50% en peso de fibras de reducción a pasta mecánica. Las fibras de la reducción a pasta mecánica en general son ricas en lignina, cuya

concentración puede ser de hasta 20% en peso de las fibras secas.

5 Las fibras celulósicas del material fibroso pueden derivar de árbol caducifolio, conífera o combinaciones de los mismos. Los ejemplos de especies de árboles caducifolios incluyen abedul, álamo y otras especies del género *Populus*, aliso, eucalipto, madera tropical mixta y mezclas de las especies mencionadas antes. Los ejemplos de especies de coníferas incluyen abeto y pino y mezclas de los mismos.

Preferiblemente, como máximo 70%, en particular como máximo 60%, en peso de la fuente de fibra consiste en fibras derivadas de árbol caducifolio.

En una realización, el material fibroso comprende la materia prima fibrosa reciclada como tal.

10 En otra realización, la materia prima fibrosa comprende papel reciclado o productos de cartón reciclado o combinaciones de los mismos que tienen un contenido original de cenizas de hasta 10% o más, por ejemplo hasta 20%, que se han sometido a pretratamiento para reducir el contenido de cenizas a menos de aproximadamente 3, con el fin de proporcionar dicho material fibroso. En dicha realización, la materia prima se puede someter a una operación mecánica o química, por ejemplo por clasificación o cribado de finos, para disminuir el contenido de aproximadamente 10 a 20% a 3% o menos.

15 En otra realización más, que se puede combinar con la anterior, la materia prima fibrosa comprende papel reciclado o productos de cartón reciclado o combinaciones de los mismos, que tienen un contenido original de lignina de hasta 20% en peso, que se somete a deslignificación química para reducir el contenido de lignina a menos de 10% en peso, en particular menos de 5% en peso, con el fin de proporcionar dicho material fibroso.

20 El procesamiento previo se puede realizar por ejemplo mediante un tratamiento alcalino usando compuestos hidróxido o carbonato, tales como hidróxidos o carbonatos de metales alcalinos o metales alcalinotérreos o combinaciones de los mismos. En particular, la deslignificación se puede llevar a cabo por reducción a pasta kraft, reducción a pasta a la sosa típicamente, o deslignificación con oxígeno, preferiblemente a una temperatura aumentada (de 50 - 200°C). La reducción a pasta kraft o reducción a pasta a la sosa se llevan a cabo típicamente a aproximadamente 140 - 180°C y la deslignificación con oxígeno a 80 - 120°C.

25 Durante las condiciones alcalinas del pretratamiento, también se reducirá el contenido de hemicelulosas.

En una tercera realización que se puede combinar con las dos realizaciones anteriores, la materia prima fibrosa primero se somete a una etapa preliminar que implica la separación de impurezas, lavado o, en particular, destintado o reducción a pasta, por ejemplo, para separar películas o revestimientos poliméricos. Esta realización se puede aplicar a materia impresa hecha de papel y cartón, del mismo modo.

30 Después, el material fibroso obtenido, que comprende la materia prima reciclada o que comprende la materia prima reciclada que se ha tratado como se ha explicado antes para reducir el contenido de cenizas y lignina, se somete a extracción alcalina (extracción con álcali en frío).

35 Típicamente, el tratamiento con álcali en frío se lleva a cabo mezclando el material fibroso con una disolución de álcali, por ejemplo, con una disolución de álcali concentrada, para así obtener una mezcla que contiene de aproximadamente 50 y hasta 200 g/l, en particular de 50 a 150 g/l del álcali. La disolución se deja que sea absorbida en el material fibroso a una temperatura de 0 a 40°C, preferiblemente 10-25°C. El álcali disuelve las hemicelulosas del material fibroso y la disolución que contiene las hemicelulosas se separa del material fibroso y se recupera por separado.

La masa fibrosa obtenida se puede usar como tal como una pasta para disolver.

40 Sin embargo, también se puede someter a un tratamiento de blanqueo llevado a cabo con reactivos químicos oxidantes y posterior extracción alcalina con el fin de reducir el contenido de lignina de las fibras. Se pueden usar diferentes tratamientos de blanqueo que usan oxígeno, peróxido y peroxoácidos, dióxido de cloro, hipoclorito y ozono.

45 Las fibras recuperadas después de blanqueo se someten a tratamiento químico para aumentar la accesibilidad de las fibras celulósicas, cuyo tratamiento preferiblemente se lleva a cabo con una enzima seleccionada del grupo de endoglucanasas, o con hipoclorito.

En otra realización, las fibras recuperadas, opcionalmente después de un tratamiento químico para aumentar la accesibilidad de las fibras celulósicas, se someten en una suspensión acuosa a tratamiento ácido, de modo que el pH de la suspensión es menor de 3.5.

50 Volviendo ahora a los dibujos, la figura 1 representa una realización específica de un método para preparar pasta para disolver a partir de papel de imprimir destintado.

La primera etapa mostrada en el dibujo se denomina "superfiltración DDJ". El objetivo de esta etapa es separar impurezas inorgánicas (disminuir el contenido de cenizas) de la pasta. La segunda etapa es la etapa de extracción

5 cáustica en frío (**CCE**). Mediante este tratamiento se separan hemicelulosas, en especial xilano. El tratamiento del papel de imprimir destintado continúa por la secuencia de blanqueo de tres etapas (**DEpD**) para separar la lignina residual y aumentar el brillo y pureza de la pasta. Después de blanqueo, continúa la preparación por el tratamiento enzimático con endoglucanasa (**EG**). Los objetivos de esta etapa son aumentar la reactividad de la pasta y ajustar la viscosidad (o grado de polimerización). La quinta etapa, final, es el lavado ácido (**A**). El objetivo de esta etapa es la separación de metales de la pasta.

La figura 2 muestra las etapas de tratamiento del cartón.

10 La primera etapa de la preparación de pasta para disolver a partir del cartón es la superfiltración **DDJ**. Al igual que en la realización de la figura 1, el objetivo de esta etapa es separar impurezas inorgánicas (disminuir el contenido de cenizas). La segunda etapa en el procedimiento es una cocción con sosa alcalina. Esta etapa separa lignina y hemicelulosas. Después el procesamiento continúa con la etapa de extracción cáustica en frío (**CCE**). El objetivo de esta etapa es separar las hemicelulosas, en especial el xilano. El tratamiento del cartón continúa por la secuencia de blanqueo de tres etapas (**DEpD**) para separar la lignina residual y aumentar el brillo y pureza de la pasta. Después de blanqueo, continúa la preparación por el tratamiento enzimático con endoglucanasa (**EG**). Los objetivos de esta etapa son aumentar la reactividad de la pasta y ajustar la viscosidad (o grado de polimerización). Finalmente, al igual que en el procedimiento de la figura 1, la pasta obtenida se lava con ácido (**A**) con el fin de separar metales. Típicamente el lavado con ácido se lleva a cabo a un pH inferior a 3.

Como resultado de un procedimiento según la presente invención, se recuperan fibras que presentan al menos una de las siguientes propiedades:

- 20 - un contenido de lignina menor de 0.7% en peso, en particular un contenido de lignina de 0.3 a 0.6% en peso;
- una viscosidad de 250 ml/g o más, preferiblemente 550 ml/g o más;
- un valor de Fock de 55% o mejor;
- 90% o más de celulosa; y
- un valor de % de R18 de 88% o mejor

25 Típicamente, las fibras presentan un contenido de hemicelulosa de 0.1 hasta 10% en peso.

Un método como se ha descrito antes produce una pasta para disolver que se puede usar en la producción de fibras, películas y espumas celulósicas regeneradas, productos de fibras impregnadas, y para la producción de derivados celulósicos, y para la producción de nanoproduitos celulósicos.

30 Específicamente, la pasta se puede usar para la producción de productos celulósicos regenerados, por ejemplo mediante procedimientos de regeneración seleccionados del grupo de procedimiento de viscosa, procedimiento NMMO, procedimientos enzimáticos y el procedimiento del carbamato.

35 En una realización particular, el método y la pasta se pueden usar para la producción de productos celulósicos regenerados por el procedimiento del carbamato de una técnica mecanoquímica en seco sin disolvente. En relación con esto, se hace referencia en particular a los métodos descritos en los documentos US 7 662 953 y US 8 066 903, cuyos contenidos se incorporan en la presente memoria por referencia.

Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran la presente tecnología.

Materiales y métodos de análisis

40 La materia prima de fibra usada en el ejemplo 1 era papel de imprimir destintado y el del ejemplo 2 era cartón reciclado. Las composiciones de fibras detalladas de las materias primas se presentan en la tabla 1. El papel de imprimir destintado tenía la siguiente composición de fibras: aproximadamente 90% de fibras de pasta sin fibra de madera y 10% de fibras de pasta que contienen fibra de madera. En el cartón reciclado la relación de composición de fibras de pasta sin fibra de madera a fibras de pasta que contienen fibra de madera era aproximadamente 70:30.

Tabla 1. Composición de fibras de materias primas recicladas

	pastas sin fibra de madera		pastas que contienen fibra de madera		Relación madera blanda:madera dura
	Kraft de madera dura blanqueada, %	Kraft de madera blanda (no blan.), %	Semiquímica/ CTMP de madera dura, %	Mecánica/ CTMP de madera blanda, %	
Papel de imprimir	62	30	2	6	36:64
Cartón	26	41 (27)	33	-	41:59

45 La composición química y otras propiedades de las materias primas usadas en los experimentos se presentan en las tablas 2 y 3. Debido a la mayor proporción de fibras de pasta que contienen fibras de madera en el cartón, tenía

mayor contenido de lignina, extractivos y celulosa, y menor brillo que el papel de imprimir. El papel de imprimir se destintó y por lo tanto tenía menor contenido de cenizas y el brillo de la pasta era mayor.

Tabla 2. Composición química de las materias primas recicladas

	Celulosa %	Lignina %	Extractivos %	Xilano %	Glucomanano %
Papel de imprimir	76.6	2.4	0.2	15.9	4.9
Cartón	57.6	16.6	5	14.5	6.3

5 Tabla 3. Propiedades de las materias primas recicladas

	Brillo %	Número kappa %	Viscosidad ml/g	Cenizas a 525°C %	Cenizas a 900°C %
Papel de imprimir	79.9	8.7	800	2.0	1.4
Cartón	32.8	82.7	740	7.9	6.0

Las propiedades de las materias primas y las pastas producidas en el ejemplo 1 y 2 se analizaron usando los métodos descritos en la tabla 4.

10 La composición de polisacáridos, es decir, el contenido de celulosa, xilano y glucomanano, se calculó basándose en el método de Janson /1/.

En estos cálculos, se suponía que el papel de imprimir consistía en 64% de fibras químicas de madera dura (abedul) y 36% de fibras químicas de madera blanda (pino).

La composición del cartón se suponía que era 59% de fibras químicas de madera dura y 41% de fibras químicas de madera blanda.

15 Se usó el análisis R18 para medir la resistencia al álcali de la pasta. Da la cantidad de material de fibra que no se disuelve en disolución de NaOH al 18% a temperatura ambiente durante una hora.

El método de Fock se usó para describir la reactividad de la pasta para disolver /2/. En este método la pasta se disuelve en un exceso de NaOH y CS<sub>2</sub>. Se forma xantato de celulosa y después se regenera una cierta cantidad del xantato. Finalmente se determinó el rendimiento de celulosa.

20 Tabla 4. Métodos de análisis usados para las materias primas y pastas producidas

Composición de fibras	Interno basado en microscopía
Composición química: • extracto de acetona • lignina • carbohidratos • contenido de celulosa, xilano y glucomanano	SCAN-CM 49:03 TAPPI-T 222 om-02 modif. SCAN-CM 71:09 Basado en Janson J., <i>Analytik der Polysaccharide en Holz und Zellstoff, Faserforschung und Textiltechnik</i> 25, 1974, p. 375-382.
Contenido de cenizas: • 525 °C • 900 °C	ISO 1762:2001 ISO 2144:199
Brillo	ISO 2470-1: 2009 de hoja separada
Número kappa	ISO 302:2004
Viscosidad	ISO 5351:2010
Contenido de metal	combustión en húmedo (las muestras se disuelven en ácido nítrico en un horno de microondas antes del análisis)+ ICP-AES
R18	ISO 699:1982
Fock	Basado en Fock, W., <i>Das Papier</i> 13(3), p. 92-95, (1959).

Las pastas para disolver producidas se disolvieron usando tratamiento con carbamato. Después del tratamiento con carbamato se llevó a cabo la hilatura en húmedo. La tabla 5 muestra los métodos usados en el análisis de las pastas de carbamato y disoluciones de carbamato. La tabla 6 muestra los métodos usados para el análisis de las fibras hiladas en húmedo.

25

Tabla 5. Método de análisis usado para las pastas de carbamato y disoluciones de carbamato

DP grado de polimerización	la viscosidad se determina según la norma ISO 5351:2010 para evaluar el DP en base empírica (Gullichsen, J., Paulapuro, H, Papermaking Science and technology, Fapet 2000 /3/)
Contenido de nitrógeno	Dispositivo Kjelttek
Grado de pureza de la pasta de carbamato	por lavado y por medición del contenido de residuos
Viscosidad de la disolución de carbamato	Método de bola convencional (Sihtola, H. Paperi ja puu 44(1962):5, pp. 295-300/4/) y/o por un viscosímetro Brookfield
Residuo de fibra de la disolución	por microscopía usando una escala subjetiva de 1 a 5 de modo que 1: disolución transparente sin fibras y %: disolución turbia que contiene muchas fibras enteras, haces de fibras y/o estructuras de tipo gel

Las fibras hiladas en húmedo se ensayaron como sigue: Las fibras se acondicionaron a una humedad relativa de 65 y temperatura de 20°C durante al menos 24 h. Las propiedades mecánicas se determinaron como una media de 20 mediciones de acuerdo con los estándares ISO 1973 y ISO 5079 usando una máquina de ensayo Vibroskop y Vibrodyn (Lenzing AG). Los ensayos incluían título, tenacidad, alargamiento, módulo de Young al 1% de alargamiento y trabajo de rotura. La tasa de alargamiento era 20 mm.min-1 y la longitud de ensayo 20 mm.

Ejemplo 1. Preparación de pasta para disolver a partir de papel de imprimir destintado

Las etapas de tratamiento del papel de imprimir destinado se presentan en la figura 1.

10 La primera etapa de la preparación de pasta para disolver a partir de papel de imprimir destinado es la superfiltración **DDJ**. El objetivo de esta etapa era separar impurezas inorgánicas (disminuir el contenido de cenizas) de la pasta. Se diluyó materia prima (aproximadamente 0.5-1% de consistencia) y se filtró usando un tanque con una malla metálica nº 200 y un mezclador. Este procedimiento se repitió ocho veces. El contenido de cenizas disminuyó de 2.0% a 0.6%.

15 La segunda etapa era la etapa de extracción cáustica en frío (**CCE**). El objetivo de esta etapa era separar las hemicelulosas, en especial el xilano. La etapa de extracción se llevó a cabo a temperatura ambiente usando una concentración de álcali de 70 g de NaOH/l y 10% de consistencia durante una hora. Después de la etapa de CCE la pasta se lavó cinco veces diluyéndola al 5% de consistencia con agua desionizada fría y extrayendo el agua hasta aproximadamente 15% de consistencia. Después la pasta se diluyó al 4% de consistencia y el pH se ajustó a 7. Al día siguiente se extrajo el agua de la pasta hasta 25-30% de consistencia.

20 El tratamiento del papel de imprimir destinado continuó por la secuencia de blanqueo de tres etapas, (**DEpD**). El objetivo del blanqueo era separar la lignina residual y aumentar el brillo y pureza de la pasta. Las condiciones de blanqueo se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Condiciones de blanqueo para la secuencia de DepD

	D0	Ep	D1
Carga de ClO <sub>2</sub> como Cl act., %	1.5		1.0
Carga de NaOH, %		0.9	0.1
Carga de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , %		0.5	
Tiempo de reacción, min	60	60	120
Temperatura, °C	60	75	70
Consistencia, %	9	10	9

25 En las etapas **D** primero se añadió la pasta previamente calentada al reactor y después de esto el agua y ácido o álcali (para ajustar el pH). Después de mezclar se midió el pH, y se cargó dióxido de cloro en el reactor, y se cerró inmediatamente la tapa del reactor. Durante el tiempo de reacción se mezcló la pasta. Después del tiempo de reacción, se midió el pH final de la pasta en la temperatura de reacción. Se determinó el contenido de cloro residual del filtrado de blanqueo. La pasta se diluyó y se lavó de una forma convencional.

30 En la etapa de extracción alcalina asistida por peróxido de hidrógeno (**Ep**), la pasta y la mayor parte del agua se calentaron a la temperatura de reacción en un horno de microondas y se pusieron en el reactor. Se cargó el álcali y el peróxido de hidrógeno con agua adicional y la suspensión de pasta se mezcló y se midió el pH. Durante el tiempo de reacción la suspensión de pasta se mezcló. Después del tiempo de reacción, se midió el pH final de la pasta en la temperatura de reacción. Se determinó el contenido de peróxido de hidrógeno residual del filtrado de blanqueo. La pasta se diluyó y se lavó de una forma convencional.

35 El lavado entre etapas de blanqueo era siempre un lavado de laboratorio convencional: la pasta se diluyó al 5% de

consistencia con agua desionizada, cuya temperatura era la misma que la de la etapa de blanqueo precedente. Después de extraer el agua, la pasta se lavó dos veces con agua desionizada fría con la cantidad equivalente a diez veces la cantidad de pasta completamente seca.

Después del blanqueo, se continuó la preparación por tratamiento enzimático con endoglucanasa (**EG**). Los objetivos de esta etapa eran aumentar la reactividad de la pasta y ajustar la viscosidad (o grado de polimerización). La carga de enzima era aproximadamente 6 ml/kg. Primero la pasta y parte del agua se calentaron a la temperatura de reacción en un horno de microondas y se pusieron en el reactor. El pH de la pasta se ajustó con ácido sulfúrico al valor de pH de 5. La enzima se mezcló con el resto del agua precalentada y se añadió al reactor. Las condiciones de reacción eran como sigue: 50°C, 90% de consistencia y 120 minutos. Después del tiempo de reacción, la pasta se lavó con agua caliente (>85°C) diluyendo la pasta al 4% de consistencia (tiempo de retención 10 minutos). Después de extraer el agua, la pasta se lavó dos veces con agua desionizada fría con la cantidad equivalente a diez veces la cantidad de pasta completamente seca.

La siguiente etapa era el lavado ácido (**A**). El objetivo de esta etapa era la separación de metales de la pasta. El lavado ácido se llevó a cabo a pH 2.5, temperatura ambiente y con 2.5% de consistencia. Se usó ácido sulfúrico para ajustar el pH. La pasta se diluyó y se lavó de una forma convencional. La última etapa de preparación era el secado de la pasta. El secado se llevó a cabo durante la noche en un horno que tenía una temperatura de aproximadamente 40°C.

El procedimiento de preparación descrito antes dio pasta para disolver que tenía una resistencia al álcali de 93.9%, reactividad (según el método de Fock) de 62.9%, viscosidad de 510 ml/g, contenido de xilano de 4.8%, contenido de lignina de 0.2%, contenido de extractivos de 0.08% y contenido de cenizas de 0.04%. Estas propiedades son más bien típicas o incluso mejores que las de las pastas para disolver comerciales. Solo la reactividad de la pasta era ligeramente menor y el contenido de xilano mayor. Las propiedades de la pasta para disolver producida se presentan en las tablas 7 y 8.

Tabla 7. Composición química de la pasta para disolver producida a partir de papel de imprimir destinado.

	Celulosa %	Lignina %	Extractivos %	Xilano %	Glucomanano %
Papel de imprimir	90.4	0.2	0.08	4.8	4.3

Tabla 8. Propiedades de la pasta para disolver producida a partir de papel de imprimir destinado.

	Brillo %	Número kappa	Viscosidad ml/g	Cenizas a 525°C %	Cenizas a 900°C %	R18 %	Fock %
Papel de imprimir	87.1	0.9	510	0.05	0.04	93.8	62.9

#### Ejemplo 2. Preparación de pasta para disolver a partir de cartón

Las etapas de tratamiento del cartón se presentan en la figura 2.

La primera etapa de la preparación de pasta para disolver a partir del cartón era la superfiltración **DDJ**. El objetivo de esta etapa era separar impurezas inorgánicas (disminuir el contenido de cenizas). Se diluyó materia prima (aproximadamente 0.5-1% de consistencia) y se filtró usando un tanque con una malla metálica n° 200 y un mezclador. Esto se repitió ocho veces. El contenido de cenizas disminuyó de 7.9% a 1.4%.

La segunda etapa era la cocción con sosa alcalina. El objetivo de esta etapa era la separación de lignina y hemicelulosas. Las condiciones de cocción eran como sigue: carga de NaOH 20%, temperatura de cocción 165°C, factor H 1000 y relación de líquido a madera 6. Después de la etapa de cocción, la pasta se lavó y después se continuó la deslignificación con la etapa de deslignificación con oxígeno. Las condiciones del procedimiento eran como sigue: consistencia de 12%, temperatura de 100°C, carga de NaOH 4%, presión de oxígeno 13.5 bar y tiempo de reacción 95 minutos. Después de la deslignificación con oxígeno se lavó la pasta.

Después el procesamiento continuó con la etapa de extracción cáustica en frío (**CCE**). El objetivo de esta etapa era separar las hemicelulosas, en especial el xilano. La extracción se llevó a cabo a temperatura ambiente usando una concentración de álcali de 70 g de NaOH/l y 10% de consistencia durante una hora. Después de la etapa de CCE la pasta se lavó cinco veces diluyéndola al 5% de consistencia con agua desionizada fría y extrayendo el agua hasta aproximadamente 15% de consistencia. Después la pasta se diluyó al 4% de consistencia y el pH se ajustó a 7. Al día siguiente se extrajo el agua de la pasta hasta 25-30% de consistencia.

El tratamiento del cartón continuó por la secuencia de blanqueo de tres etapas, (**DEpD**). El objetivo del blanqueo era separar la lignina residual y aumentar el brillo y pureza de la pasta. Las condiciones de blanqueo se muestran en la tabla 9.

Tabla 9. Condiciones de blanqueo para la secuencia de DepD



	D0	Ep	D1
Carga de ClO <sub>2</sub> como Cl act., %	1.0		0.4
Carga de NaOH, %		0.9	0.05
Carga de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , %		0.5	
Tiempo de reacción, min	60	60	120
Temperatura, °C	60	75	70
Consistencia, %	9	10	9

5 En las etapas **D** primero se añadió la pasta previamente calentada al reactor y después de esto agua y ácido o álcali (para ajustar el pH). Después de mezclar se midió el pH, y se cargó dióxido de cloro en el reactor, y se cerró inmediatamente la tapa del reactor. Durante el tiempo de reacción se mezcló la pasta. Después del tiempo de reacción, se midió el pH final de la pasta en la temperatura de reacción. Se determinó el contenido de cloro residual del filtrado de blanqueo. La pasta se diluyó y se lavó de una forma convencional.

10 En la etapa de extracción alcalina asistida por peróxido de hidrógeno (**Ep**), la pasta y la mayor parte del agua se calentaron a la temperatura de reacción en un horno de microondas y se pusieron en el reactor. Se cargó el álcali y el peróxido de hidrógeno con agua adicional y la suspensión de pasta se mezcló y se midió el pH. Durante el tiempo de reacción la suspensión de pasta se mezcló. Después del tiempo de reacción, se midió el pH final de la pasta en la temperatura de reacción. Se determinó el contenido de peróxido de hidrógeno residual del filtrado de blanqueo. La pasta se diluyó y se lavó de una forma convencional.

15 El lavado entre etapas de blanqueo era siempre un lavado de laboratorio convencional: La pasta se diluyó al 5% de consistencia con agua desionizada, cuya temperatura era la misma que la de la etapa de blanqueo precedente. Después de extraer el agua, la pasta se lavó dos veces con agua desionizada fría con la cantidad equivalente a diez veces la cantidad de pasta completamente seca.

20 Después del blanqueo, se continuó la preparación por tratamiento enzimático con endoglucanasa (**EG**). Los objetivos de esta etapa eran aumentar la reactividad de la pasta y ajustar la viscosidad (o grado de polimerización). La carga de enzima era aproximadamente 6 ml/kg. Primero la pasta y parte del agua se calentaron a la temperatura de reacción en un horno de microondas y se pusieron en el reactor. Después el pH de la pasta se ajustó con ácido sulfúrico a 5. La enzima se mezcló con el resto del agua precalentada y se añadió al reactor. Las condiciones de reacción eran 50°C, 90% de consistencia y 120 minutos. Después del tiempo de reacción, la pasta se lavó con agua caliente (>85°C) diluyendo la pasta al 4% de consistencia (tiempo de retención 10 minutos). Después de extraer el agua, la pasta se lavó dos veces con agua desionizada fría con la cantidad equivalente a diez veces la cantidad de pasta completamente seca.

25 Después, la pasta se lavó con ácido (**A**) con el fin de separar metales. El lavado ácido se llevó a cabo a pH 2.5, temperatura ambiente y con 2.5% de consistencia. Se usó ácido sulfúrico para ajustar el pH. La pasta se diluyó y se lavó de una forma convencional. La última etapa de preparación era el secado de la pasta. El secado se llevó a cabo durante la noche en un horno que tenía una temperatura de aproximadamente 40°C.

30 El procedimiento de preparación descrito antes dio pasta para disolver que tenía una resistencia al álcali de 90.7%, reactividad (según el método de Fock) de 81.1%, viscosidad de 250 ml/g, contenido de xilano de 4.2%, contenido de lignina de 0.6%, contenido de extractivos <0.05% y contenido de cenizas de 0.11%. Estas propiedades son más bien típicas o incluso mejores que las de las pastas para disolver comerciales. El contenido de xilano de la pasta era mayor y también el contenido de lignina era ligeramente mayor que el de la pasta para disolver comercial (<0.5%).

35 Las propiedades de la pasta para disolver producida se presentan en las tablas 10 y 11.

Tabla 10. Composición química de la pasta para disolver producida a partir de cartón.

	Celulosa %	Lignina %	Extractivos %	Xilano %	Glucomanano %
Cartón	91.2	0.6	<0.05	4.2	3.8

Tabla 11. Propiedades de la pasta para disolver producida a partir de cartón.

	Brillo %	Número kappa	Viscosidad ml/g	Cenizas a 525°C %	Cenizas a 900°C %	R18 %	Fock %
Cartón	85.9	0.6	250	0.11	0.08	90.7	81.1

40 Ejemplo 3. Tratamiento de las pastas para disolver (ejemplo 1 y 2) usando el método del carbamato y la hilatura en húmedo

Tratamiento de carbamato

- 5 Las pastas para disolver obtenidas (ejemplo 1 y 2) se trataron usando el método del carbamato /5, 7/. En este método primero se prepara el carbamato de celulosa que después se disuelve en disolución de NaOH que finalmente se hila y regenera en fibras. La síntesis de carbamatos se hace en un estado seco con urea. La alimentación de urea es de 20% calculada a partir de la pasta seca. La disolución se lleva a cabo en dos etapas, primero mojando la pasta de carbamato de celulosa con una disolución alcalina diluida, tan fría como sea posible, de la pasta con agitación intensiva. La técnica usa el punto de congelación bajo de la disolución de NaOH acuosa en la concentración de 18%, en donde el punto de congelación está por debajo de -20°C, y la función de agitación intensiva del dispositivo mezclador para disolver durante la dosificación. Se pueden preparar disoluciones de alta calidad y que tienen un contenido de materia seca alto en un tiempo de mezcla de unos minutos solo.
- 10 La tabla 12 indica las características de las pastas después de la reacción del carbamato. El DP (grado de polimerización) da un cálculo de las propiedades mecánicas y físicas del producto final (p. ej., fibras y películas) y es el principal parámetro ajustable en el procedimiento. Cuanto mayor es el nivel de DP, más diluidas se deben usar las disoluciones, si el nivel de viscosidad está limitado debido a la técnica de aplicación (aquí, hilatura de fibra). El nivel de DP óptimo y el contenido de celulosa se deben encontrar por separado en cada caso. Normalmente, en la
- 15 fabricación de fibras regeneradas, el nivel de DP deseado está en el intervalo de 200 a 400. El contenido de nitrógeno, % N, de la disolución indica el grado de sustitución. El grado de sustitución se refiere al número medio de sustituyentes unidos a una unidad de glucosa.

Tabla 12. Características de las pastas después de reacción con carbamato

Calidad de la pasta de carbamato	DP	% N
Papel de imprimir	289	1.5
Cartón	290	2.2
Pasta para disolver comercial ref.	330	1.2

20 Hilatura en húmedo

- 25 Las fibras se hilaron usando una máquina de hilatura en húmedo de laboratorio /6/. La disolución de hilatura era empujada desde un depósito sellado a una bomba de engranajes mediante nitrógeno gaseoso. La cabeza de hilatura con una hilera se sumergió en un tanque de baño de hilatura vertical. La hilera usada tenía 100-250 orificios de 45-51  $\mu\text{m}$  y estaba hecha de un material de oro/platino. La línea de hilatura consistía en tres cilindros de tracción, un baño de estiramiento con agua desmineralizada caliente, dos baños de lavado con agua desmineralizada fría y un colector de fibras (fig. 3). Se usó una disolución de lauril-sulfato sódico (0.1%) para lubricar los cilindros de tracción I, II y III durante la hilatura.

La tabla 13 muestra los parámetros comunes de procesamiento y material para los ensayos de hilatura en húmedo de laboratorio.

30 Tabla 13. Parámetros de procesamiento y material de los ensayos de hilatura de ejemplo

Concentración de celulosa %	6.3
Disolución de NaOH %	8.5
Disolución de ZnO %	1
Temperatura de la disolución C	2
Temperatura del baño de hilatura C	20
Contenido del baño de hilatura	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 8%, Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 10%
Viscosidad de la disolución de la bola s (T 20°C)	20
Turbidez de la disolución NTU	<50
Número de tamiz de filtrado $\mu\text{m}$	10
Hilera n x d - $\mu\text{m}$	100 x 51
Velocidad de la línea VIII m/min	20

La tabla 14 muestra la relación de estiramiento del procesamiento, título de la fibra y propiedades mecánicas de las fibras obtenidas en la hilatura en húmedo.

Tabla 14. Relación de estiramiento del procesamiento, título de fibra y propiedades mecánicas de las fibras de ejemplo

Calidad de la pasta	Relación de estiramiento %	Título (dtex)	Tenacidad (cN/dtex)	Estiramiento %
Papel de imprimir	60	2.42	1.93	21
	80	2.31	2.02	20
	100	1.97	2.00	17
	120	1.86	2.07	16
Cartón	60	2.55	1.72	22
	80	2.40	1.83	20
	100	2.06	1.91	18
	140	1.99	1.97	16
Pasta para disolver comercial ref.	60	2.58	1.98	21
	80	2.10	2.01	18
	100	1.97	2.14	15
Viscosa ref. /6/		1.9	2.1	

5 Resumiendo lo anterior, se puede observar que el procedimiento de la presente tecnología comprende en una realización preferida, una etapa de separación de impurezas inorgánicas, una etapa de extracción cáustica en frío para la extracción de xilano, blanqueo con productos químicos oxidantes para la deslignificación y para aumentar el brillo y la pureza de la pasta, una etapa para aumentar la reactividad de las pastas y para ajustar la viscosidad de la pasta (o grado de polimerización), y finalmente lavado ácido para separar metales. Para la materia prima que tiene un contenido de lignina inicial alto, se pueden llevar a cabo etapas de deslignificación adicionales usando agentes de deslignificación alcalinos.

10 Con la tecnología descrita, incluyendo el procedimiento de purificación anterior, se pueden preparar pastas para disolver que tienen resistencia al álcali (R18) y contenido de celulosa de más de 90% y reactividad de 60 a 85%, en particular de 63 a 81%, medido usando el método de Fock.

15 Las pastas para disolver así obtenidas tienen propiedades mecánicas muy buenas. Durante el ensayo se ha encontrado que la tenacidad de las fibras es aproximadamente la misma que para la celulosa de referencia disuelta nativa hecha a partir de pasta para disolver comercial y aproximadamente la misma que para fibras no tejidas de viscosa que existen en el mercado. "Aproximadamente" significa una variación de máx.  $\pm 10\%$ .

Un uso particular de las pastas para disolver preparadas a partir de fibras recicladas es como una materia prima para el procedimiento del carbamato.

20 Como es evidente a partir de lo anterior, la presente invención consigue considerables ventajas. Se ha encontrado sorprendentemente que mediante la presente invención las fibras recicladas incluso fibras mecánicamente degradadas y debilitadas, seleccionadas, pero no limitadas a papeles o cartones reciclados o reutilizados que contienen celulosa, lignina y hemicelulosas, que contienen además cargas, metales, finos y otras impurezas que típicamente son difíciles de separar, sirven como materia prima para pastas para disolver. Basándose en los ejemplos dados, las pastas para disolver producidas por la presente tecnología tienen propiedades comparables con o incluso superiores a las pastas de referencia comerciales usadas como referencia.

#### Referencias:

1. Janson J., Analytik der Polysaccharide in Holz und Zellstoff, *Faserforschung und Textiltechnik* 25, 1974, p. 375-382.
- 30 2. Fock, W. Eine modifizierte method zur Bestimmung der Reaktivität von Zellstoffen für viskosherstellung. *Das Papier* 13(3), p. 92-95, (1959)
3. Gullichsen, J., Paulapuro, H, *Papermaking Science and Technology*, Fapet 2000.
4. Sihtola, H. *Paperi ja puu* 44(1962):5, pp. 295-300.
5. Patente de EE.UU. nº 8 066 903.
- 35 6. Vehviläinen, M., Kamppuri, T., Rom, M., Janicki, J., Ciechanska, D., Grönqvist, S., Siika-aho, M., Elg Christoffersson, K., Nousiainen, P. Effect of wet spinning parameters on the properties of novel cellulosic fibres, *Cellulose* (2008) 15:671-680.
7. Patente de EE.UU. nº 7,662,953
8. Patente de EE.UU. nº 6 254 722
- 40 9. WO2010/104458
10. Solicitud de patente europea nº 0 637 351

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para producir pasta para disolver a partir de materia prima fibrosa reciclada, que comprende las etapas de:
- 5 - proporcionar un material fibroso que comprende celulosa, lignina y hemicelulosa, teniendo dicha fuente de fibra además un contenido de lignina de 0.1 a 7% de lignina y un contenido de cenizas de hasta 3%;
  - someter el material fibroso a una extracción alcalina a una temperatura de aproximadamente 0 a 25°C, en donde el material fibroso se mezcla con una disolución de álcali para así obtener una mezcla que contiene de aproximadamente 50 y hasta 200 g/l del álcali, para producir fibras que tienen un contenido reducido de hemicelulosa;
  - 10 - reducir el contenido de lignina de las fibras así obtenidas sometiendo las fibras a un tratamiento de blanqueo llevado a cabo con reactivos químicos oxidantes seleccionados del grupo que consiste en oxígeno, peróxido, peroxoácidos, dióxido de cloro, hipoclorito y ozono;
  - recuperar las fibras así obtenidas; y
  - 15 -someter las fibras recuperadas después de blanqueo a tratamiento químico para aumentar la accesibilidad de las fibras celulósicas, llevándose a cabo dicho tratamiento con una enzima seleccionada del grupo de endoglucanasas, o con hipoclorito.
2. El método según la reivindicación 1, en donde la materia prima fibrosa reciclada se selecciona de papel reciclado y productos de cartón reciclado y combinaciones de los mismos, que comprenden al menos 1% en peso de materiales de fibra lignocelulósica.
- 20 3. El método según la reivindicación 1 o 2, en donde el material fibroso comprende la materia prima fibrosa reciclada o se produce a partir de esta.
4. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el material fibroso comprende al menos 50% en peso de fibras celulósicas, en particular el material fibroso comprende de 50 a 95% en peso de fibras de reducción a pasta química y de 5 a 50% en peso de fibras de reducción a pasta mecánica.
- 25 5. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras celulósicas derivan de árboles caducifolios, coníferas o combinaciones de los mismos, preferiblemente, como máximo 70%, en particular como máximo 60%, en peso de la fuente de fibra consiste en fibras derivadas de árbol caducifolio.
6. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras recuperadas, opcionalmente después de un tratamiento químico para aumentar la accesibilidad de las fibras celulósicas, se someten en una suspensión acuosa a tratamiento ácido, de modo que el pH de la suspensión es menor de 3.5.
- 30 7. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la materia prima fibrosa comprende papel reciclado o productos de cartón reciclado o combinaciones de los mismos que tienen un contenido original de cenizas de hasta 10% o más, que se han sometido a una operación mecánica o química, por ejemplo un tratamiento de filtración, para reducir el contenido de cenizas a menos de aproximadamente 3, con el fin de proporcionar dicho material fibroso.
- 35 8. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la materia prima fibrosa comprende papel reciclado o productos de cartón reciclado o combinaciones de los mismos que tienen un contenido original de lignina de hasta 20% en peso, que se han sometido a deslignificación química con un producto químico de cocción alcalina, tal como hidróxido sódico, para reducir el contenido de lignina a menos de 10% en peso, en particular menos de 5% en peso, con el fin de proporcionar dicho material fibroso, en particular la deslignificación se lleva a cabo por reducción a pasta kraft, reducción a pasta a la sosa o deslignificación con oxígeno.
- 40 9. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho blanqueo se lleva a cabo con productos químicos oxidantes seleccionados del grupo de peróxidos y perácidos, dióxido de cloro, hipoclorito y ozono y combinaciones de los mismos, y opcionalmente dicha pasta blanqueada se somete a extracción alcalina, con el fin de reducir el contenido de lignina de las fibras.
- 45 10. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los papeles reciclados se seleccionan de papeles de oficina y los productos de cartón reciclado se seleccionan de recortes de sobres, que opcionalmente se destinan antes de someterlos a procesamiento adicional.
- 50 11. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras recuperadas presentan al menos una de las siguientes propiedades:
- un contenido de lignina menor de 0.7% en peso, en particular un contenido de lignina de 0.3 a 0.6% en peso;

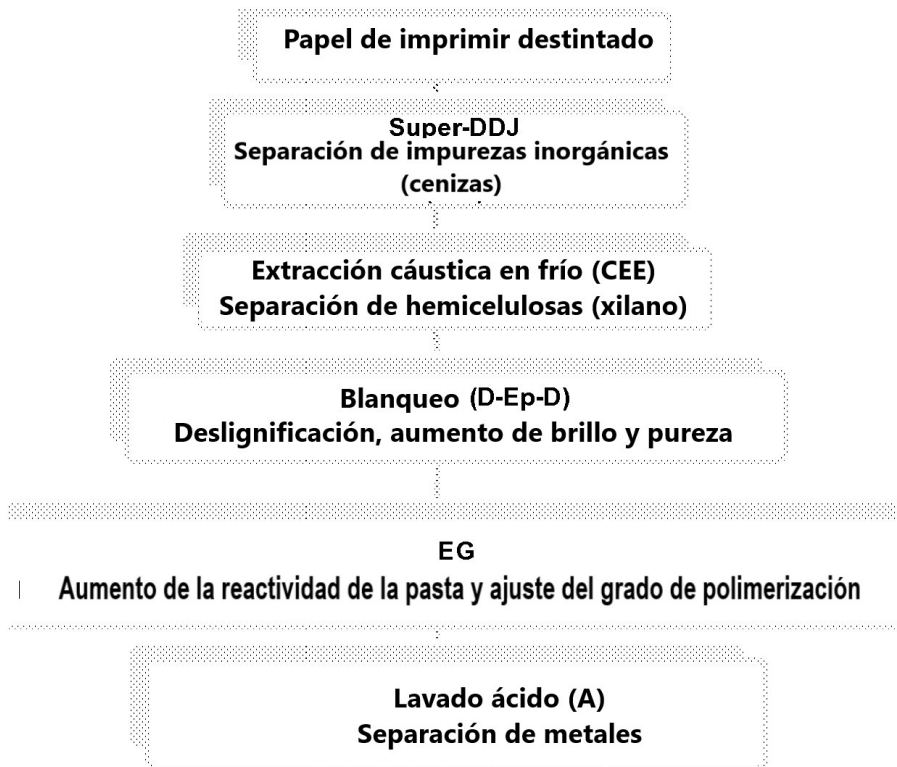
- una viscosidad de 250 ml/g o más, preferiblemente 550 ml/g o más;
- un valor de Fock de 55% o mejor;
- 90% o más de celulosa; y
- un valor de % de R18 de 88% o mejor

5 12. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras recuperadas presentan un contenido de hemicelulosa de 0.1 hasta 10% en peso.

13. Uso de un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes para producir pasta para la producción de fibras, películas y espumas celulósicas regeneradas, productos de fibras impregnadas, y para la producción de derivados celulósicos, y para la producción de nanoproduitos celulósicos.

10 14. Uso de un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes para producir pasta para la producción de productos celulósicos regenerados por un procedimiento de regeneración seleccionado del grupo de procedimiento de viscosa, procedimiento NMMO, procedimientos enzimáticos y el procedimiento del carbamato, en particular para la producción de productos celulósicos regenerados por el procedimiento del carbamato de una técnica mecanoquímica en seco sin disolvente.

15



**Fig. 1**

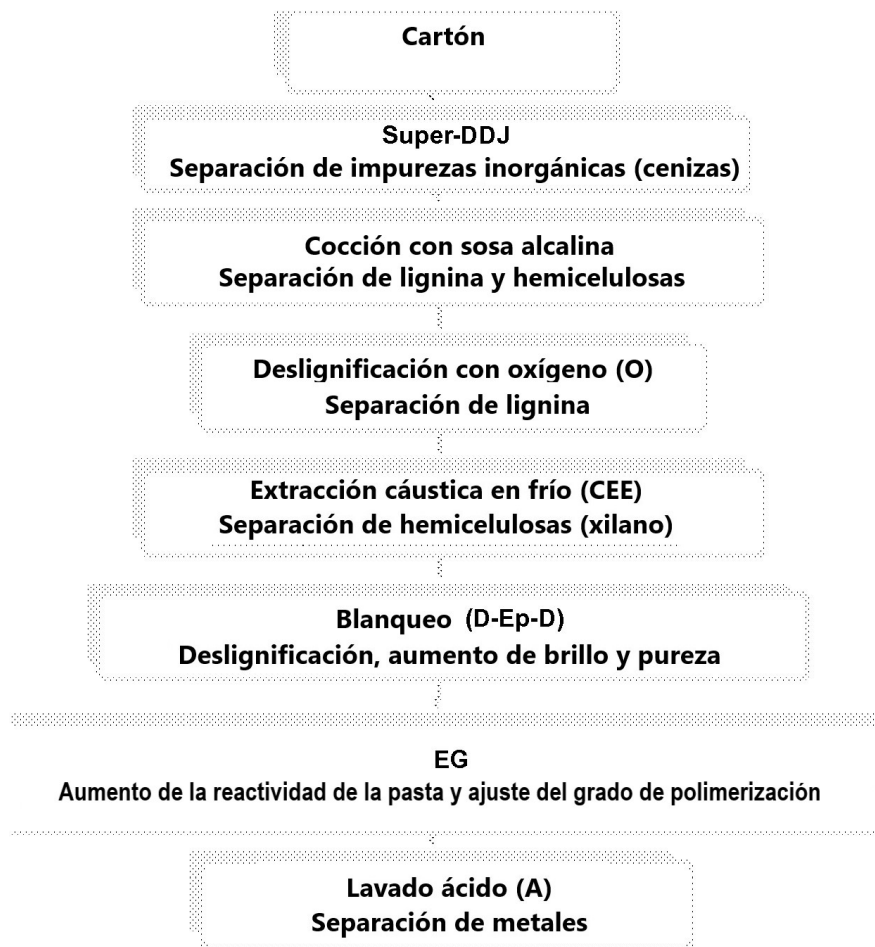


Fig. 2

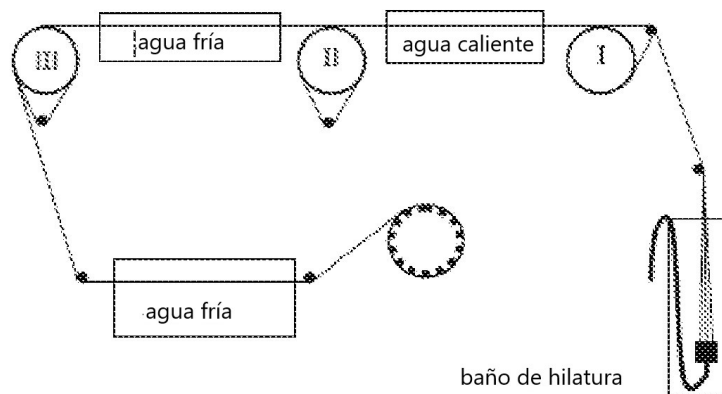


Fig. 3