

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 733 335**

51 Int. Cl.:

D21C 3/00 (2006.01)

D21C 3/04 (2006.01)

D21C 3/22 (2006.01)

D21C 9/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.05.2016 PCT/FI2016/050365**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.12.2016 WO16189205**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.05.2016 E 16728354 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.04.2019 EP 3303688**

54 Título: **Método para reducir la viscosidad de la pasta de papel en producción de pasta de disolución**

30 Prioridad:

27.05.2015 FI 20155400

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.11.2019

73 Titular/es:

**KEMIRA OYJ (100.0%)
Energiakatu 4
00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**ROBERTSEN, LEIF;
VUORENPALO, VELI-MATTI;
KONN, JONAS y
KASKI, KAISA**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 733 335 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 reducir la viscosidad de la pasta de papel en producción de pasta de disolución

La invención se refiere a un método para reducir la viscosidad de la pasta de papel en la producción de pasta de disolución de acuerdo con los preámbulos de la reivindicación independiente adjunta.

- 5 La pasta de disolución es pasta de celulosa blanqueada que se fabrica mediante un procedimiento químico de fabricación de pasta, en la que se cuecen astillas de madera descortezada con una mezcla de productos químicos de cocción para eliminar la lignina, los extractos y las hemicelulosas de la pasta. Después de la cocción la pasta de papel se lava, se blanquea y se seca. La pasta de disolución obtenida tiene un alto contenido de celulosa y un alto nivel de brillo. En el procedimiento se pueden utilizar como materia prima fibras cortas de madera o algodón.
- 10 La pasta de disolución no se utiliza para producir productos de papel o cartón a granel, sino para usos finales que tienen requisitos especiales de pureza química y bajo contenido de hemicelulosa de la pasta. La pasta de disolución se disuelve mediante un disolvente o por derivación en una solución homogénea, que se puede utilizar para hilar fibras textiles, para producir celulosas derivatizadas, tal como el triacetato de celulosa, o para la producción de éteres de celulosa, tal como la carboximetilcelulosa.
- 15 Los parámetros de calidad importantes para producir la pasta de disolución son la alta pureza, es decir, el alto contenido de celulosa y el brillo, así como la baja viscosidad de la pasta. Si la viscosidad de la pasta de papel es demasiado alta, el precio de la pasta de papel producida disminuye. Por lo tanto, la viscosidad de la pasta de papel es uno de los intereses clave en la producción. Tradicionalmente, la viscosidad de la pasta de papel se controla mediante la adición de hipoclorito en una fase de blanqueo separada. Sin embargo, cuando el uso de compuestos de cloro en la producción de pasta de papel ha ido disminuyendo debido a problemas ambientales, existe una necesidad constante de soluciones eficaces para controlar la viscosidad de la pasta de papel producida.
- 20

El documento WO 2012/175815 describe un método para blanquear material que comprende fibras fabricadas de una materia prima que contiene celulosa, en donde las fibras se tratan con una solución blanqueadora que contiene un perácido.

- 25 El documento US 6.136.041 describe un método para blanquear fibras de lignocelulosa, donde el método comprende una etapa de tratamiento de las fibras de lignocelulosa con una composición blanqueadora que comprende al menos un agente de blanqueo oxidante en presencia de al menos un aditivo que activa la deslignificación o el blanqueo.
- El documento WO 2014/041251 describe un método para producir pasta de disolución a partir de una carga de alimentación fibrosa reciclada. El método comprende someter el material fibroso a una extracción alcalina a una temperatura de aproximadamente 0 a 25°C y posteriormente a un tratamiento de blanqueo llevado a cabo con reactivos químicos oxidativos para reducir el contenido de lignina de las fibras.
- 30

El objeto de la presente invención es minimizar o incluso eliminar las desventajas existentes en la técnica anterior.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método eficaz para controlar la viscosidad de la pasta de disolución.

- 35 Estos objetos se logran mediante las características descritas en la reivindicación independiente.

La invención se define por las características de la reivindicación independiente adjunta. Algunas realizaciones preferidas de la presente invención se presentan en las reivindicaciones dependientes.

El método típico de acuerdo con la presente invención para reducir la viscosidad de la pasta de papel en la producción de pasta de disolución comprende

- 40 - producir la pasta de celulosa, por lo que la pasta de celulosa obtenida tiene un contenido de celulosa de al menos 90%,
- blanquear la pasta de celulosa obtenida, y
- tratar la pasta de celulosa obtenida después del blanqueo con ácido perfórmico.

- 45 Ahora se ha descubierto sorprendentemente que una adición de ácido perfórmico a la pasta de papel blanqueada después de la etapa de blanqueo produce una reducción en la viscosidad de la pasta. Incluso las dosis relativamente pequeñas de ácido perfórmico son capaces de reducir considerablemente la viscosidad de la pasta de disolución. Además, el ácido perfórmico es un producto de reacción del ácido fórmico y peróxido de hidrógeno y es totalmente biodegradable y resistente a la corrosión. Por lo tanto, la utilización de ácido perfórmico es ventajosa, ya que éste o sus productos de degradación no dañan el medio ambiente ni el equipo del proceso\$.

- 50 El Ácido perfórmico, CH_2O_3 , se utiliza en la invención como una solución acuosa. Típicamente, el ácido perfórmico tiene una concentración de al menos 10%, calculada como peso con respecto a volumen, típicamente alrededor de

13,5%, calculada como peso con respecto a volumen. Preferiblemente, la solución de ácido per fórmico acuosa se utiliza como una solución de equilibrio.

Típicamente, la pasta de papel se obtiene del blanqueo como suspensión acuosa, que tiene una consistencia de 5 a 15%, preferiblemente de 7 a 12%, calculada como contenido seco. El blanqueo puede comprender una o varias etapas de blanqueo, donde la pasta de papel se pone en contacto con productos químicos de blanqueo. La pasta de papel se puede tratar con ácido per fórmico directamente e inmediatamente después del final de la última etapa de blanqueo. Esto significa que el ácido per fórmico se añade a la pasta de papel acuosa después de la última etapa de blanqueo.

De acuerdo con una realización de la invención, el ácido per fórmico se utiliza en una cantidad de 0,1 a 7 kg/tonelada de pasta de papel seca, preferiblemente de 0,5 a 5 kg/tonelada de pasta de papel seca, más preferiblemente de 1 a 3 kg/tonelada de pasta de papel seca. La dosis se administra como 100% de ácido per fórmico.

El ácido per fórmico añadido no proporciona una mejora significativa en el brillo de la pasta. Por lo tanto, la función del ácido per fórmico no es mejorar el brillo de la pasta, sino reducir la viscosidad. La disminución de la viscosidad puede ser de al menos 30 dm³/kg, preferiblemente al menos 50 dm³/kg, medido de acuerdo con la norma CAN-CM 15:99 o la norma ISO 5351. La disminución de la viscosidad se entiende como la diferencia entre el valor de viscosidad de la pasta de papel medida antes del tratamiento con ácido per fórmico y el valor de viscosidad de la pasta de papel medida después del tratamiento con ácido per fórmico. El cambio de brillo es típicamente inferior a 2% ISO, preferiblemente inferior a 1% ISO, medido de acuerdo con las normas ISO 3688, ISO 2470. El cambio de brillo es la diferencia entre el brillo de la pasta de papel medido antes del tratamiento con ácido per fórmico y el brillo de la pasta de papel medida después del tratamiento con ácido per fórmico.

El pH de la suspensión de pasta de papel durante el tratamiento con ácido per fórmico es al menos 5, preferiblemente al menos 6. Preferiblemente, el pH durante el tratamiento con ácido per fórmico es menor que 11, preferiblemente menor que 10. Típicamente, el pH durante el tratamiento con ácido per fórmico puede estar en el intervalo de 5 a 10, preferiblemente de 6 a 8. Preferiblemente, el pH de la suspensión de pasta de papel no cambia significativamente durante el tratamiento con ácido per fórmico, normalmente el cambio de pH es menor que una unidad de pH.

La temperatura durante el tratamiento con ácido per fórmico puede estar en el intervalo de 30 a 100°C, preferiblemente de 40 a 70°C. Por lo tanto, no se necesita un calentamiento o enfriamiento adicional de la suspensión de pasta de papel para el tratamiento con ácido per fórmico, y la suspensión de pasta de papel puede tratarse directamente e inmediatamente después del final del blanqueo. En otras palabras, el método está preferiblemente libre de calentamiento o enfriamiento adicional de la pasta de papel antes del tratamiento con ácido per fórmico.

De acuerdo con una realización preferible de la invención, el ácido per fórmico se produce in situ y se dirige directamente a la fase de tratamiento con ácido per fórmico. Esto significa que el ácido per fórmico producido se utiliza directamente para tratar la pasta de celulosa después del blanqueo. Kemira Oyj, Finlandia, ha diseñado una unidad de preparación para ácido per fórmico, que es adecuada para su uso en la presente invención. Por lo tanto, el ácido per fórmico se puede preparar en las inmediaciones de la ubicación del procedimiento donde se añade a la suspensión de pasta de papel. Esto garantiza la alta eficacia química del ácido per fórmico. El ácido per fórmico se lleva a la ubicación del procedimiento a través de conexiones adecuadas y se alimenta a un flujo deseado de suspensión de pasta de papel utilizando medios de alimentación adecuados. El ácido per fórmico puede alimentarse directamente al flujo del procedimiento de la suspensión de pasta de papel, y la mezcla del ácido per fórmico se logra mediante el flujo turbulento.

De acuerdo con una realización de la invención, además del ácido per fórmico, también es posible añadir ácido peracético destilado a la suspensión de pasta de papel después de la etapa de blanqueo. El ácido peracético destilado se puede añadir a la suspensión de pasta de papel en una cantidad de 0,01 a 30 kg/tonelada de pasta de papel seca, preferiblemente de 10 a 20 kg/tonelada de pasta de papel seca. La adición de ácido peracético destilado se puede realizar antes o después de la adición de ácido per fórmico, es decir, antes o después del tratamiento de la pasta de papel con ácido per fórmico. El ácido peracético destilado proporciona un efecto de deslignificación y/o brillo, y por lo tanto forma una etapa de blanqueo posterior, que se puede utilizar para reducir las variaciones en el brillo de la pasta, o para combatir el amarilleamiento posterior a la decoloración de la pasta.

El método descrito se puede utilizar para reducir la viscosidad de la pasta de celulosa en disolución, que se produce mediante un procedimiento kraft, opcionalmente con una etapa de prehidrólisis. Durante la etapa de prehidrólisis, al menos una parte, preferiblemente una parte principal, de las hemicelulosas en la materia prima que contiene celulosa se degradan y/o disuelven. Después de la etapa de prehidrólisis, la materia prima se trata adicionalmente en el procedimiento kraft con hidróxido de sodio o con una mezcla acuosa de hidróxido de sodio y sulfuro de sodio, por lo que la lignina se degrada y se solubiliza. Esto conduce a la liberación de las fibras de celulosa. Alternativamente, el método de acuerdo con la presente invención se puede utilizar para reducir la viscosidad de la pasta de celulosa en disolución, que se produce utilizando un procedimiento de producción de pasta de papel con sulfito ácido que emplea una solución de bisulfito como licor de cocción. El procedimiento de sulfito también puede comprender una etapa de prehidrólisis para disolver hemicelulosas.

La pasta de celulosa que se trata con ácido per fórmico tiene un contenido de celulosa de al menos 92%, preferiblemente al menos 95%.

De acuerdo con una realización de la invención, se mide la viscosidad de la pasta de papel después del blanqueo, es decir, después de la última etapa de blanqueo, y la pasta de papel se trata con ácido per fórmico en caso de que el valor de viscosidad de la pasta de papel sea mayor que un valor de viscosidad predeterminado. También es posible ajustar la cantidad de ácido per fórmico que se utiliza para tratar la pasta de papel en función del valor de viscosidad obtenido o medido.

De acuerdo con otra realización de la invención, la pasta de celulosa se trata mediante la adición continua de ácido per fórmico a la pasta de papel después del blanqueo. La adición de ácido per fórmico puede ser completamente automatizada.

Sección experimental

Algunas realizaciones de la invención se describen más detalladamente en el siguiente ejemplo no limitante.

Ejemplo 1

La pasta molida kraft de disolución fuera de especificación se sometió por separado a un tratamiento de reducción de la viscosidad después del blanqueo. La etapa de reducción de la viscosidad se realizó a una temperatura de 60°C, tiempo de residencia 120 min. La consistencia de la pasta de papel fue 10% y la dosis de perácido utilizada fue 2 kg/tonelada de pasta de papel seca. El nivel de pH de la pasta de papel fue 8. Se sometieron a ensayo dos perácidos diferentes, a saber, ácido per fórmico (PFA) y ácido peracético (PAA).

Los resultados del Ejemplo 1 se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Resultados del Ejemplo 1.

	Muestra de referencia	Muestra 2	Muestra 3
Perácido utilizado	-	PAA	PFA
pH final	8	5,7	7,0
PAA-Residual, kg/ton de pasta de papel.	-	0,69	0
Viscosidad dm ³ /kg	507	470	447
Brillo, % ISO (norma ISO 2470)	90,4	91,3	90,8
Amarilleamiento	5,5	5,1	5,4
Blanqueamiento CIE D65/10 + UV (norma CIE 15: 2004)	80,1	81,8	80,9
L *	97,8	98	97,9
a*	-0,36	-0,32	-0,28
b*	3,23	2,97	3,13

En la Tabla 2 se puede observar que el tratamiento de la pasta de papel con ácido per fórmico redujo la viscosidad en 60 dm³/kg, que es más que suficiente para convertir una pasta de papel fuera de especificación en una pasta de papel dentro de especificación. No se pudo observar la misma reducción significativa de la viscosidad cuando se utilizó ácido peracético.

Incluso si la invención se describió con referencia a lo que en la actualidad parece ser la realización más práctica y preferida, se aprecia que la invención no se limitará a las realizaciones descritas anteriormente, sino que la invención pretende cubrir también modificaciones diferentes y equivalentes. Soluciones técnicas dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un método para reducir la viscosidad de la pasta de papel en la producción de pasta de disolución, comprendiendo el método
- 5 - producir pasta de celulosa, por lo que la pasta de celulosa obtenida tiene un contenido de celulosa de al menos 90%,
- blanquear la pasta de celulosa obtenida,
- caracterizado por
- tratar la pasta de celulosa después del blanqueo con ácido perfórmico.
2. El método según la reivindicación 1, caracterizado por utilizar ácido perfórmico en una cantidad de 0,1 a 7 kg/tonelada de pasta, preferiblemente de 0,5 a 5 kg/tonelada de pasta, más preferiblemente 1 a 3 kg/tonelada de pasta.
3. El método según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el pH durante el tratamiento con ácido perfórmico es al menos 5, preferiblemente al menos 6.
4. El método según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado por que durante el tratamiento con ácido perfórmico, el pH de la pasta de papel cambia menos de una unidad de pH.
5. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la temperatura durante el tratamiento con ácido perfórmico está en el intervalo de 30 a 100°C, preferiblemente de 40 a 70°C.
6. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 5, caracterizado por que la pasta de papel se trata con ácido perfórmico directamente e inmediatamente después del final de la última etapa de blanqueo.
7. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 6, caracterizado por que la pasta de blanqueo tiene una consistencia de 5 a 15%, preferiblemente de 7 a 12%, calculada como contenido seco.
8. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 7, caracterizado por que el ácido perfórmico se produce in situ y se utiliza directamente para tratar la pasta de celulosa después del blanqueo.
9. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 8, caracterizado por que se añade adicionalmente ácido peracético destilado a la pasta de papel después del blanqueo en una cantidad de 0,01-30 kg/tonelada de pasta de papel seca, preferiblemente 10-20 kg/tonelada de pasta de papel seca.
10. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 9, caracterizado por que la pasta de celulosa se produce mediante un procedimiento kraft con una etapa de prehidrólisis.
11. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 10, caracterizado por que la pasta de celulosa obtenida, que se trata con ácido perfórmico, tiene un contenido de celulosa de al menos 92%, preferiblemente 95%.
12. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 11, caracterizado por tratar la pasta de celulosa mediante la adición continua de ácido perfórmico a la pasta de papel después del blanqueo.
13. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 12, caracterizado por que la disminución de la viscosidad de la pasta de papel es de al menos 30 dm³/kg, preferiblemente al menos 50 dm³/kg.