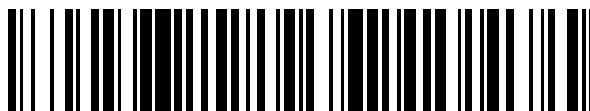


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 750 703**

51 Int. Cl.:

**D21C 1/06** (2006.01)

**D21C 3/02** (2006.01)

**D21C 3/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.08.2014 PCT/SE2014/050975**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.03.2016 WO16032374**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.08.2014 E 14900793 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2019 EP 3186439**

54 Título: **Procedimiento rentable de cocción de kraft utilizando un licor de cocción de polisulfuro**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**26.03.2020**

73 Titular/es:

**VALMET AB (100.0%)  
Gustaf Gidlöfs väg 4  
851 94 Sundsvall, SE**

72 Inventor/es:

**ANTONSSON, STEFAN y  
OLSSON, KRISTER**

74 Agente/Representante:

**CURELL SUÑOL, S.L.P.**

ES 2 750 703 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento rentable de cocción de kraft utilizando un licor de cocción de polisulfuro.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento y un sistema para la preparación de pulpa kraft con rendimiento de pulpa aumentado a partir de material celulósico que contiene lignina utilizando licor de cocción de polisulfuro.

10 **Antecedentes de la invención**

En la cocción kraft convencional puesta en práctica en los años 1960-1970 en digestores continuos, la carga total de licor blanco se agregaba a la parte superior del digestor. Al poco tiempo se supo que las altas concentraciones de álcali expuestas a altas temperaturas de cocción eran perjudiciales para la viscosidad de la pulpa.

15 Por lo tanto, se desarrollaron procedimientos de cocción para reducir las altas concentraciones pico de álcali perjudiciales al inicio de la cocción y, de este modo, se dividieron las cargas de álcali durante la cocción incorporadas en procedimientos de cocción tales como *MCC*, *EMCC*, *ITC* y cocción *Lo-Solids*.

20 Se pusieron en práctica otros procedimientos de cocción utilizando impregnación de licor negro antes de las etapas de cocción, donde se utilizó álcali residual en el licor negro para neutralizar la acidez de la madera y para impregnar las virutas con sulfuro alcalino. Uno de los procedimientos de cocción que comercializa Valmet es *Compact Cooking*, en el que el licor negro con un nivel de álcali residual relativamente alto es retirado de las fases anteriores de la cocción y se carga en una etapa de impregnación previa.

25 Un aspecto del consumo de álcali durante el procedimiento de cocción, es decir, que incluye la impregnación, es que una gran parte del consumo de álcali se debe a la neutralización inicial de la madera, y hasta entre un 50% y un 75% del consumo total de álcali se produce durante el procedimiento de neutralización e impregnación alcalina. Por lo tanto, se necesita cargar una gran cantidad de álcali en la alcalinización inicial. Esto da lugar a un problema complicado, ya que se ha observado que las altas concentraciones de álcali son perjudiciales para la viscosidad de la pulpa cuando se cargan en la parte superior de los digestores en la cocción convencional. Una solución para hacer frente al alto consumo de álcali y a la necesidad de reducir la concentración de álcali al comienzo del procedimiento de cocción era cargar grandes volúmenes de licores de tratamiento de álcali, preferentemente licor negro con un contenido de álcali residual, pero con baja concentración de álcali, lo que dio lugar a la presencia de una cantidad relativamente grande de álcali total por kg de material de madera, aunque, sin embargo, a una baja concentración de álcali.

35 En el documento US7270725 (= EP1458927) Valmet describió una etapa de pretratamiento que utiliza licor de cocción de polisulfuro antes del tratamiento de licor negro. En este procedimiento se drena el licor de tratamiento de polisulfuro después de la etapa de pretratamiento y antes de comenzar el tratamiento de licor negro. La etapa de tratamiento de polisulfuro también se mantiene preferentemente corta con un tiempo de tratamiento en el intervalo comprendido entre 2 y 10 minutos.

45 En una patente de Estados Unidos otorgada recientemente, US7828930, se muestra un ejemplo de un procedimiento de cocción kraft donde el 100% del licor de cocción, en forma de licor de polisulfuro también denominado licor naranja, se carga en la parte superior del digestor y comienza una etapa de impregnación. En este caso también se eleva la temperatura de 60°C a 120°C al comienzo de la etapa de tratamiento de polisulfuro. Sin embargo, tal como se muestra en el ejemplo 1, se prevé una razón entre licor y madera de aproximadamente 3.5 en la parte superior del digestor añadiendo una cantidad adecuada de agua. Este orden de magnitud de la razón licor/madera a menudo se percibe como una razón licor/madera estándar en la cocción continua necesaria para un procedimiento estable. Según esta propuesta, se retira una parte del licor de tratamiento de polisulfuro residual a una concentración de álcali relativamente alta y se reemplaza por licor de cocción a una concentración de álcali relativamente baja al comienzo de la etapa de cocción, y el licor de tratamiento de polisulfuro residual retirado se añade en etapas posteriores de la cocción.

55 En la solicitud reciente de Valmet, WO2013032377 se divulga un procedimiento más beneficioso para un procedimiento de cocción de polisulfuro kraft. Se divulgan los principios con una primera etapa de impregnación a baja temperatura con licor de cocción de polisulfuro con una razón baja de licor respecto a madera en el intervalo entre 2.0 y 3.2. Todas las ventajas con dichas condiciones se describen y se incluyen por referencia también en la presente invención que las utiliza en su totalidad. Sin embargo, el sistema descrito en el documento WO2013032377 utiliza un recipiente de impregnación a presión precedido por un alimentador de compuerta que puede llevar a temperaturas más altas en el recipiente de impregnación para la impregnación de polisulfuro.

65 Un modelo para describir las condiciones de cocción es el factor H. El factor H es un modelo cinético para la tasa de deslignificación en el pulpeo kraft. Es un modelo de variable única que combina temperatura (T) y tiempo (t) y acepta que la deslignificación es una única reacción. Si se acepta que la energía de activación corresponde a 134

kJ/mol, el factor H se podría determinar mediante:

$$H = \int_0^t \exp(43.2 - 16115/T) dT$$

- 5 Este modelo de reacción única se describe en Gullichsen, Johan; Fogelholm, Carl.Johan (2000), "Chemical Pulping", Papermaking Science and technology 6A, Tappi Publications, págs. 291-292, y se utiliza en toda la comunidad de pulpeo para definir referencias de cocción, y se utilizará en esta patente para definir condiciones de cocción. También se encuentra en línea una calculadora del factor H, que utiliza el modelo de reacción única tal como se ha descrito con anterioridad, disponible en Internet en [http://www.know-pulp.com/english/demo/english/pulping/cooking/1\\_process/1\\_principle/h-tekijan\\_laskenta.htm](http://www.know-pulp.com/english/demo/english/pulping/cooking/1_process/1_principle/h-tekijan_laskenta.htm), donde se puede calcular el factor H para cualquier etapa de la cocción, es decir, durante el calentamiento (generalmente durante la impregnación), así como durante la cocción (a la temperatura total de cocción), y el factor H total dispuesto en esas etapas.
- 10
- 15 Dicho factor H bajo también se describe en el documento WO2013032377 y, con el modelo de factor H utilizado tal como se ha descrito anteriormente, se aplican los siguientes factores H para el tiempo de retención y las temperaturas respectivos (Tiempo\*Temp = H);

60*90 = 0;	60*100 = 1;	60*110 = 3;	60*120 = 9
90*90 = 0;	90*100 = 1;	90*110 = 5;	90*120 = 13
120*90 = 1;	120*100 = 2;	120*110 = 6;	120*120 = 18

- 20 Aunque se pueden aplicar factores H ligeramente diferentes, o energía de activación diferente de 134 kJ/mol, durante la cocción, es decir, durante la deslignificación inicial, general y final, respectivamente, se utiliza el mismo factor H para toda la cocción, incluidas las fases de impregnación y de calentamiento para poder comparar estudios, que también es el caso en una serie de estudios científicos publicados. También se dan diferentes factores H para diferentes especies de madera, especialmente entre plantas anuales, madera dura y madera blanda, pero para esta solicitud de patente se utiliza el factor H identificado anteriormente, con una energía de activación de 134 kJ/mol, empleada como referencia base para todo tipo de madera y todas las fases de la cocción. El factor H es el mejor parámetro para definir los parámetros del procedimiento para la actividad de deslignificación. Por lo tanto, un factor H de 1 indica que casi no hay deslignificación en los procedimientos de cocción que, a menudo, requieren un factor H total de aproximadamente entre 300 y 1500 y, de forma típica, aproximadamente 700 para cualidades de blanqueo total, lo que indica que un solo dígito del porcentaje del trabajo de deslignificación total se ha obtenido con un factor H de 1. Si un factor H de solo 300 es necesario para la pulpa final, como podría ser el caso en cocciones de alto rendimiento, un factor H de 1 solo indica que se obtiene 1/300 del trabajo de deslignificación total durante la impregnación, es decir, menos del 0,4%.
- 25
- 30
- 35 Por lo tanto, ha habido un desarrollo continuo de procedimientos de cocción donde se reducen ambas concentraciones de álcali al inicio de la cocción, y se busca un rendimiento aumentado del procedimiento de cocción para usar, entre otros, la adición de licor de cocción de polisulfuro que estabiliza los carbohidratos.

- 40 El documento US 2012/216971 A1 describe un procedimiento y un sistema para añadir licor de tratamiento al material de celulosa triturado, preferentemente virutas de madera, durante la fabricación de pulpa química en un procedimiento continuo. El procedimiento utiliza un recipiente de flujo descendente donde las virutas descienden por el recipiente en un flujo de pistón y donde las virutas tratadas se suministran continuamente en el fondo del recipiente. Al disponer más de dos tuberías paralelas desplazadas del centro del recipiente, se obtiene una mejor distribución del licor de tratamiento y la alteración del flujo de pistón de viruta que desciende por el recipiente se reduce al mínimo.
- 45

- El documento US 2013/240167 A1 divulga un procedimiento y un sistema para la impregnación de virutas durante la fabricación de pulpa química. Las virutas se vaporizan y se impregnan en un recipiente de impregnación a baja presión, utilizando el licor de cocción utilizado presurizado caliente BL como la parte principal del líquido de impregnación. El licor de cocción utilizado caliente produce la mayor parte del vapor necesario para vaporizar las virutas. Se instalan por lo menos dos filas independientes de primera y segunda pantalla para mejorar el procedimiento en el recipiente de impregnación. La primera fila de pantalla retira el licor de tratamiento acidificado para su evacuación y la segunda fila de pantalla recircula el fluido de tratamiento retornándolo al centro del recipiente de tratamiento.
- 50
- 55

### Sumario de la invención

- La invención se basa en un procedimiento de impregnación mejorado y simplificado que garantiza que se establezcan condiciones de baja temperatura en el procedimiento de impregnación de polisulfuro, mientras se reduce el equipo necesario para el procedimiento. Por lo tanto, no es necesario instalar un sistema de suministro a alta presión y un separador superior en el recipiente de impregnación como se muestra, por ejemplo, en el documento WO2013032377 que describe los principios con impregnación a baja temperatura en una razón baja
- 60

líquido-madera. Según el procedimiento de la invención, también se mejora la economía de calor de todo el procedimiento de cocción, ya que el procedimiento de impregnación de polisulfuro se mantiene a la temperatura más alta posible, utilizando el valor calorífico en el polisulfuro y disminuyendo también las necesidades de calentamiento en el procedimiento de cocción posterior que necesita elevar la temperatura a la temperatura de cocción completa.

La invención utiliza en su totalidad las condiciones del procedimiento tal como se describe en el documento WO2013032377, pero reduce los costos de inversión al utilizar el concepto ImpBin™ de los sistemas de impregnación de licor negro en los sistemas Compact Cooking™, todos los sistemas desarrollados y comercializados por Valmet AB.

Los conceptos de Compact Cooking e ImpBin se describen en Chemical Pulping Part 1, Fibre Chemistry and Technology, Segunda edición, 2011, páginas 350-356, y utilizan un recipiente de impregnación atmosférica para la vaporización e impregnación combinada, pero con el añadido de vapor vaporizado repentinamente de licor negro caliente para la necesaria vaporización de las virutas. Sin embargo, con el procedimiento de la invención, el riesgo de emisión de gases malolientes se reduce al mínimo, ya que el líquido de impregnación utilizado no contiene gases de azufre no condensables como el metilo mercaptano.

Por lo tanto, el concepto ImpBin se puede modificar de control superior frío del calentamiento por vapor a superior caliente, es decir, el vapor pasa por la parte superior del recipiente de impregnación de modo que se pueda extraer un grado más limpio de trementina de los gases ventilados. El control superior frío del recipiente de impregnación en impregnación de licor negro convencional utilizando un ImpBin se describe en la página 356 de dicho libro Chemical Pulping Part 1, segunda edición.

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la preparación de pulpa kraft con un rendimiento de pulpa aumentado a partir de material celulósico que contiene lignina utilizando licor de cocción de polisulfuro, que comprende:

suministrar un material celulósico que contenga lignina no vaporizado previamente a la parte superior de un primer recipiente vertical que funciona a una presión aplicada en la parte superior del recipiente de como máximo 0,2 bar y, preferentemente de como máximo 0,1 bar, y establecer un nivel superior de material celulósico que contiene lignina en el primer recipiente;

cargar por lo menos el 80% de la carga total del licor de cocción alcalino, en forma de licor de polisulfuro, al primer recipiente y establecer un nivel inferior de licor por debajo de dicho nivel superior, dicho licor de polisulfuro se calienta a una temperatura por encima del punto de ebullición antes de añadir el licor de polisulfuro que permite que el vapor hierva del licor de polisulfuro y, por lo tanto, vaporice el material celulósico que contiene lignina mantenido en un volumen por encima del nivel inferior del licor;

mantener el material celulósico que contiene lignina suspendido en el primer recipiente durante un tiempo que alcanza un factor H de por lo menos 1 y, preferentemente, un factor H comprendido entre 1 y 20;

suministrar el material que contiene lignina suspendido desde el fondo del primer recipiente hasta la parte superior de un segundo recipiente vertical donde el material celulósico que contiene lignina es cocido a la temperatura de cocción completa en el intervalo comprendido entre 130°C y 160°C a un número kappa final inferior a 40, al mismo tiempo que se añade cualquier carga restante del licor de cocción alcalino, preferentemente en forma de licor de polisulfuro, durante el suministro o la cocción en el segundo recipiente.

Las formas de realización preferidas del procedimiento reivindicado se proporcionan en las reivindicaciones subordinadas 2 a 10.

Un segundo objetivo de la presente invención es proporcionar un sistema para la preparación de pulpa kraft con un rendimiento de pulpa aumentado a partir de material celulósico que contiene lignina utilizando licor de cocción de polisulfuro adaptado para realizar el procedimiento tal como se reivindica en el presente documento, en el que el sistema comprende:

un primer recipiente vertical, configurado como un recipiente combinado de vaporización e impregnación y configurado para funcionar a una presión aplicada en la parte superior del primer recipiente de como máximo 0,2 bar y, preferentemente de como máximo 0,1 bar, y para establecer un nivel superior de lignina que contiene material celulósico en el primer recipiente;

unos medios para suministrar un material celulósico que contiene lignina no previamente vaporizado al primer recipiente vertical;

unos medios para calentar licor de cocción alcalino, en forma de licor de polisulfuro (licor naranja), a una temperatura por encima del punto de ebullición;

unos medios para cargar el licor de polisulfuro calentado (licor naranja), al primer recipiente y para establecer un nivel inferior de licor por debajo de dicho nivel superior de material celulósico que contiene lignina;

5 un segundo recipiente vertical, configurado como recipiente de cocción;

unos medios para suministrar el material que contiene lignina suspendido del fondo desde el primer recipiente hasta la parte superior del segundo recipiente vertical donde el material celulósico que contiene lignina es cocido a la temperatura de cocción completa en el intervalo comprendido entre 130°C y 160°C; y

10

medios para añadir cualquier carga restante del licor de cocción alcalino, preferentemente en forma de licor de polisulfuro, durante el suministro o la cocción en el segundo recipiente.

15 Las formas de realización preferidas del sistema reivindicado se proporcionan en las reivindicaciones 12 a 15 dependientes.

Con este procedimiento, se simplifica considerablemente el sistema del procedimiento, ya que el primer recipiente se usa como recipiente de vaporización para el material de celulosa, así como para una impregnación completa del material de celulosa con licor de cocción de polisulfuro. No es necesario instalar un sistema de suministro de alta presión caro y ni un separador superior asociado en la parte superior del primer recipiente, ya que una simple cinta transportadora puede suministrar el material de celulosa a la parte superior y usar un alimentador de canal de baja presión para suministrar el material de celulosa en la parte superior del primer recipiente. Como el recipiente es atmosférico, la temperatura se mantiene a aproximadamente 100°C en la superficie del licor y no se puede dar lugar a un aumento incontrolado de la temperatura debido a reacciones exotérmicas o cargas excesivas de licores más calientes en el fondo del recipiente, ya que todas las sobretemperaturas provocan la evaporación del agua de la superficie del licor, es decir, un sistema autocontrolado. El único aumento de temperatura que se desarrolla es preferentemente el aumento de temperatura debido a reacciones exotérmicas que pueden aumentar la temperatura en el licor correspondiente a la temperatura de ebullición en el cabezal estático existente en el recipiente. Por lo tanto, 10 metros por debajo del nivel del líquido, el líquido puede adoptar una temperatura de aproximadamente 120°C, y 20 metros por debajo del nivel del líquido, la temperatura puede ser de 133°C como máximo, si la presión al nivel del líquido es la presión atmosférica. Por lo tanto, en un recipiente atmosférico, la temperatura no excede los 100°C en la superficie del líquido, y se puede desarrollar un calentamiento exotérmico durante el flujo descendente de la suspensión y en el fondo se podrían añadir líquidos más calientes sin causar ebullición, hasta 133°C si se dispone una altura de líquido de 20 metros.

35

Un objetivo alternativo es habilitar un sistema de procedimiento en el que se pueda cambiar entre impregnación de polisulfuro o impregnación de licor negro antes de la cocción kraft, solo con cambios en la ruta del licor entre los dos modos de cocción.

40 Según una forma de realización preferida del procedimiento, se añade vapor adicional al volumen del material celulósico que contiene lignina mantenido por encima del nivel inferior de licor. Esta opción puede resultar necesaria en fábricas de pulpa en clima frío, ya que el material de celulosa puede tener presentar una temperatura en las condiciones ambientales existentes, es decir, puede estar congelado a temperaturas comprendida entre -30°C y -40°C. Sin embargo, en funcionamiento normal, el vapor liberado por la adición de licor de polisulfuro es completamente suficiente.

45

Según otra forma de realización preferida del procedimiento, una parte del volumen del licor en el primer recipiente es retirada de la pared del primer recipiente y es circulada de vuelta al volumen del material celulósico que contiene lignina en una primera circulación. En esta forma de realización es preferible que la primera circulación se caliente a partir de una fuente de calor.

50

De forma alternativa o adicional, el licor de polisulfuro se añade al primer recipiente calentado a partir de una fuente de calor. Si bien el calentamiento es necesario para liberar vapor, el calentamiento del polisulfuro resulta particularmente beneficioso, ya que el riesgo de taponar los intercambiadores de calor es bajo con este licor libre de cualquier material de celulosa que se pueda extraer en una circulación del licor.

55

El licor de polisulfuro calentado se puede añadir directamente al recipiente sin mezclarlo adicionalmente con otros licores, pero en una forma de realización preferida de la invención el licor de polisulfuro se añade a la primera circulación.

60

Según una forma de realización preferida de la invención, la fuente de calor se utiliza para calentar la circulación y/o el licor de polisulfuro, siendo el licor de cocción utilizado caliente retirado del segundo recipiente. Este licor de cocción utilizado mantiene la temperatura de cocción completa al retirarse del segundo recipiente de cocción y contiene una cantidad considerable de valor calorífico para su uso cuando se calientan los licores en el primer recipiente.

65

De forma alternativa, la fuente de calor utilizada es vapor, preferentemente vapor de la red de vapor a baja presión de la fábrica de pulpa. Como el calentamiento se realiza para alcanzar temperaturas cercanas a los 100°C, el vapor a baja presión es lo suficientemente frecuente y se encuentra disponible en abundancia con mayor frecuencia en una fábrica. El vapor de presión media es más caro y se utiliza para condiciones de procedimiento más exigentes por encima de los 100°C.

Según el modo de funcionamiento más preferido, el procedimiento de la invención funciona en consonancia con las condiciones descritas en el documento WO2013032377, en el que, el licor en el primer recipiente presenta una concentración de álcali por encima de 60 g/l y una concentración de polisulfuro por encima de 3 g/l, o por encima de 0,09 mol/l, cuando se añade el licor de cocción de polisulfuro, estableciendo una razón licor/madera en el intervalo comprendido entre 2.0 y 3.2 en dicho primer recipiente. Sin embargo, esta disposición de la baja razón licor/madera es mucho más fácil de disponer en la presente invención, ya que el material celulósico no se encuentra suspendido en ningún licor antes de suministrarlo al recipiente de impregnación. Por lo tanto, el licor de polisulfuro añadido que utiliza el procedimiento de la invención no debe tratar grandes volúmenes de licores introducidos en el recipiente de impregnación desde el sistema de suministro anterior, ya que el material celulósico no contiene más líquido que el contenido de humedad natural del material celulósico.

Los materiales celulósicos que contienen lignina que se utilizarán en el presente procedimiento de forma adecuada son madera blanda, madera dura o plantas anuales.

### Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un sistema de cocción esquemático capaz de poner en práctica el procedimiento inventivo.

### Descripción detallada de la invención

En la figura 1 se muestra un sistema de cocción kraft de 2 recipientes, que presenta un primer recipiente de impregnación atmosférica A y un segundo digestor de fase vapor/líquido B, en el que se podría poner en práctica el procedimiento inventivo. La función del sistema se describe en las siguientes partes.

#### Suministro

En este tipo de sistema primero se suministra el material celulósico que contiene lignina, virutas, con una cinta transportadora CB a la parte superior del recipiente de impregnación atmosférica A y se vierte hacia la parte superior utilizando un alimentador de compuerta SF convencional. Se dispone un primer nivel superior de virutas, LE<sub>1</sub>, en el recipiente. Simultáneamente se agrega líquido de impregnación al recipiente que dispone un segundo nivel inferior de líquido, LE<sub>2</sub>. En este procedimiento, se añade el nuevo líquido de tratamiento como licor de polisulfuro, identificado como licor naranja en la figura 1, y entre el 80% y el 100% de la carga total de álcali en la totalidad del procedimiento de cocción se carga en esta posición. En la forma de realización que se muestra en la figura 1, el licor de polisulfuro se añade a una circulación dispuesta en el recipiente A, que comprende una pantalla de retirada SC<sub>1</sub> en la pared del recipiente, tuberías y bombas que conducen el licor de tratamiento retirado de vuelta al centro del recipiente utilizando un tubo central CP. Así, el nuevo licor de polisulfuro se puede distribuir a toda la sección transversal del recipiente al mismo tiempo que se somete al flujo de circulación.

El segundo nivel inferior de líquido LE<sub>2</sub> se dispone a unos entre 5 y 15 metros aproximadamente por debajo del nivel superior de las virutas LE<sub>1</sub> y, de este modo, proporciona un volumen de material de celulosa por encima del nivel de líquido. Este volumen compactado de material de celulosa proporciona un peso muerto que impulsa un tapón de material de celulosa hacia abajo y hacia la piscina de licor contenida en el fondo del recipiente. El tapón compactado de material de celulosa también proporciona un volumen de condensación que enfría y finalmente condensa cualquier vapor que pueda evaporarse hacia arriba contra el material de madera que se ha suministrado en la parte superior del recipiente y se mantiene a una temperatura más baja, preferentemente a temperatura ambiente.

#### Vaporización

El material de celulosa se debe vaporizar para eliminar el aire contenido y permitir una impregnación completa. El aire debe ser expulsado de tal manera, que el material de celulosa pierda su flotabilidad, y que permita la impregnación de tal manera que la totalidad del volumen de celulosa se pueda cocer completamente y reducir la cantidad de rechazos después de la cocción. Ningún procedimiento de vaporización en la práctica es capaz de expulsar el 100% de todo el aire contenido en el material de celulosa, pero la mayoría de los sistemas elimina el aire de tal manera, que el material de madera pierde su flotabilidad y mantiene la cantidad de rechazos a niveles aceptables. Con la experiencia de los conceptos de ImpBin, se ha comprobado que el concepto de vaporizado utilizado en las factorías ImpBin funciona de tal manera que incluso los trozos grandes de material de celulosa se impregnan completamente y que los volúmenes de rechazo en algunos casos son cercanos a cero. En algunas aplicaciones del sistema ImpBin, se recomendó al personal de fábrica por parte de consultores externos la instalación de enormes contenedores de rechazo, pero después de algunas semanas de funcionamiento se

descubrió que ni siquiera se envió un volumen de rechazo del tamaño de un palillo de dientes a dicho contenedor de rechazo, lo que demuestra la perfecta impregnación, resultado del uso de ImpBin en esa instalación. Este aspecto se debería comparar con algunas percepciones en la industria de la fabricación de pulpa a finales de la década de 1980 de que el material de celulosa requería llevar a cabo una vaporización extensiva en aparatos dedicados, primero vaporizar en un contenedor de virutas y a continuación también vaporizar en un recipiente de vaporización separado a una presión ligeramente más alta antes suspender las virutas vaporizadas en licor, que fue el estándar establecido en la cocción convencional hasta finales de los años 90.

En el sistema se describe la mayor parte del efecto de vaporización o, en algunos casos, el efecto de vaporización completo obtenido mediante la adición de licores calientes que presentan una temperatura por encima de 100°C, en este caso licores calientes que contienen el licor de polisulfuro, en el centro del recipiente A, y debido al hecho de que el recipiente es atmosférico, el vapor se vaporiza repentinamente en el volumen de material de celulosa. El vapor se libera desde el extremo de salida de la tubería central CP ubicada en el extremo inferior del volumen de material de celulosa ubicado por encima del segundo nivel de líquido LE<sub>2</sub>. En algunos casos, se podrían utilizar varias tuberías centrales para distribuir el vapor y el licor de polisulfuro de manera más uniforme sobre la sección transversal, utilizando el sistema multitubo tal como se expone en el documento EP2467533.

Tal como se indica, los licores que se añaden al recipiente preferentemente se calientan utilizando intercambiadores de calor HE<sub>1</sub> y HE<sub>2</sub>. Se puede utilizar la inyección directa de vapor, pero adolece de la desventaja de que la concentración de polisulfuro disminuye debido al efecto de dilución del condensado de vapor. Además, el condensado de vapor limpio es caro de reemplazar si se pierde, ya que incluso el agua corriente del grifo necesita una limpieza profunda y costosa antes de su uso en el ciclo de vapor, por lo que preferentemente el condensado de vapor limpio de los intercambiadores de calor indirectos se retorna al ciclo de vapor.

Se puede incluir un primer intercambiador de calor HE<sub>1</sub> en la circulación descrita, y se puede incluir un segundo intercambiador de calor HE<sub>2</sub> en la tubería de suministro del licor de polisulfuro y se incluye por lo menos uno de estos sistemas de intercambiador de calor, si no ambos, dependiendo de la necesidad de calentamiento y de la temperatura inicial del licor de polisulfuro.

En la forma de realización más preferida y tal como se describe en la figura 1, el primer intercambiador de calor HE<sub>1</sub> emplea el valor calorífico del licor de cocción utilizado caliente retirado del digestor. El licor de cocción utilizado típicamente mantiene la temperatura de cocción completa, es decir, entre 130°C y 160°C en la extracción, dichas temperaturas se obtienen después de utilizar vapor vivo de la red de vapor de media presión de la fábrica. Este alto valor calorífico se usa preferentemente para calentar el licor de polisulfuro que se prepara convencionalmente en la propia fábrica y se almacena en depósitos atmosféricos que mantienen una temperatura de aproximadamente entre 70°C y 80°C. Por lo tanto, el licor de polisulfuro se puede calentar fácilmente a una temperatura de aproximadamente entre 110°C y 130°C antes de añadir al sistema utilizando intercambiadores de calor.

En la forma de realización más preferida y tal como se describe en la figura 1, el segundo sistema intercambiador de calor HE<sub>2</sub> utiliza el valor calorífico del vapor a baja presión utilizando vapor vivo de la red de vapor de baja presión de la fábrica. El vapor de baja presión se encuentra disponible con mayor frecuencia en abundancia en la fábrica, en contraposición con el vapor de presión media, pero resulta más adecuado para fines de calentamiento en el intervalo entre 100°C y 130°C. El calentamiento obtenido en la circulación por el segundo intercambiador de calor, preferentemente en combinación con el calentamiento del licor de polisulfuro, a menudo resulta suficiente para la vaporización efectiva del material de celulosa en clima cálido, donde las virutas mantienen una temperatura ambiente de aproximadamente entre 20°C y 30°C o incluso más elevada.

En aplicaciones particularmente exigentes, por ejemplo, en climas fríos con temperaturas ambiente muy por debajo de 0°C y la temperatura correspondiente del material de celulosa, se puede suministrar vapor adicional directamente al recipiente A, tal como se describe, utilizando vapor de baja presión que utiliza vapor vivo de la red de vapor de baja presión de la fábrica. Dicho vapor se puede suministrar en una cámara de distribución en la pared del digestor ubicada por encima del segundo nivel de líquido LE<sub>2</sub> y, preferentemente, se lleva a cabo tal como se describe en el documento EP2591165 incorporado con anterioridad para la impregnación de licor negro en ImpBin e incorporado en primer lugar en fábricas de clima frío.

Con estas alternativas de vaporización no se puede experimentar el riesgo de emisión de compuestos de azufre malolientes, ya que ningún licor agregado contiene licor negro. Por lo tanto, el concepto de vaporización se puede cambiar opcionalmente desde el control superior frío usado previamente en la impregnación de licor negro utilizando ImpBin. No obstante, si se pone en práctica el control superior caliente, permitiendo que el vapor pase por la totalidad del volumen de celulosa ubicado por encima del segundo nivel de líquido LE<sub>2</sub>, entonces los gases emitidos del recipiente se pueden enviar a la recuperación de trementina, obteniendo trementina con menor contenido de azufre.

El licor de cocción utilizado típicamente mantiene la temperatura de cocción completa, es decir, entre 130°C y 160°C en la extracción, dichas temperaturas obtenidas después de este alto valor calorífico preferentemente se utilizan para calentar el licor de polisulfuro que normalmente se realiza en la propia fábrica y se almacena en

depósitos atmosféricos que mantienen una temperatura de aproximadamente entre 70°C y 80°C.

Se puede incluir un segundo sistema intercambiador de calor HE<sub>2</sub> en la circulación descrita y se puede incluir un segundo sistema intercambiador de calor HE<sub>2</sub> en la tubería de suministro del licor de polisulfuro y se incluye por lo menos uno de estos sistemas intercambiadores de calor, si no ambos, dependiendo de la necesidad de calentamiento y de la temperatura inicial del licor de polisulfuro. En la forma de realización más preferida y tal como se describe en la figura 1, el segundo sistema de intercambiador de calor usa el valor calorífico del licor de cocción utilizado caliente retirado del digestor. El licor de cocción utilizado típicamente mantiene la temperatura de cocción completa, es decir, entre 130°C y 160°C en la extracción, dichas temperaturas se obtienen después de usar vapor vivo de la red de vapor de media presión de la fábrica. Este alto valor calorífico se usa preferentemente para calentar el licor de polisulfuro que normalmente se realiza en la propia fábrica y se almacena en depósitos atmosféricos que mantienen una temperatura de aproximadamente entre 70°C y 80°C.

Cada intercambiador de calor puede comprender una cantidad de intercambiadores de calor dispuestos en un sistema, que no se muestra, que utiliza el medio de calentamiento más caliente en modo contracorriente, de modo que el valor calorífico residual en el medio de calentamiento calienta el flujo más frío en un primer intercambiador de calor y el valor calorífico calienta un flujo que ha pasado por lo menos por el intercambiador de calor anterior en un segundo intercambiador de calor.

#### Suministro desde la impregnación al recipiente de cocción

De esta manera, la primera etapa de impregnación en el recipiente se lleva a cabo en el recipiente A y, preferentemente, solo se carga con el licor de cocción de polisulfuro y con la menor cantidad posible de líquidos adicionales como humedad de la madera, condensados de vapor y, especialmente, sin licor negro ni agua o filtrados adicionales. La razón resultante de licor respecto a madera dispuesta se debe encontrar en el intervalo comprendido entre 2.0 y 3.2 y la temperatura se debe encontrar en el intervalo comprendido entre 100°C y 120°C.

Después del tiempo de retención suficiente en el recipiente A, que debería ser un tiempo de retención que dé como resultado un factor H en el intervalo comprendido entre 1 y 20 de la etapa de impregnación, el material de celulosa impregnado se suministrará al digestor de fase líquida/vapor B junto con el licor de tratamiento residual. En la figura 1 se describe un sistema de transferencia con bombas centrífugas paralelas, que se corresponde con lo que se describe en los documentos EP2268862 y/o EP2268861, pero también se pueden usar alimentadores de vertido convencionales. Tal como se describe, opcionalmente se podría suministrar aire adicional a la parte superior del digestor, en forma de aire a presión CA que podría aumentar la presión en la parte superior del digestor sin un calentamiento excesivo si se busca una presión más alta en la parte superior y utilizar temperaturas de cocción más bajas. Sin embargo, se debe tener en cuenta que la invención se puede llevar a cabo igualmente con un digestor hidráulico, es decir, un digestor sin una fase vapor en la parte superior y completamente lleno de licor de cocción. Debido al bajo factor H en la impregnación, el licor de tratamiento residual contiene la mayor parte de la carga original de álcali ya que prácticamente no se ha consumido nada para la deslignificación. A continuación, se muestra un sistema de transferencia convencional con dilución en el fondo del recipiente A que utiliza licor de tratamiento retirado de la parte superior del separador TS en la parte superior del recipiente B enviado mediante la línea de retorno TR<sub>RET</sub>. También se añade una parte del licor de cocción utilizado caliente retirado de una pantalla SC<sub>2</sub> a la línea de retorno, para elevar la temperatura antes de la cocción en el recipiente B. En la parte superior del recipiente digestor B se calienta el material de celulosa a la temperatura de cocción completa, en el intervalo comprendido entre 130°C y 160°C dependiendo del tipo de material celulósico. El calentamiento a la temperatura total del digestor se realiza convencionalmente añadiendo vapor de presión media de la red de vapor MP de la fábrica. Se añade líquido adicional para reducir la concentración de álcali en este punto, que en esta forma de realización es parte de los licores de cocción utilizados retirados, separados de las pantallas SC<sub>2</sub> y SC<sub>3</sub>. La mayor parte del licor utilizado retirado de las pantallas SC<sub>2</sub> y SC<sub>3</sub> se envía a la recuperación REC, pero el valor calorífico se usa primero en el intercambiador de calor HE<sub>1</sub> tal como se describe, y a continuación, preferentemente, se vaporiza repentinamente finalmente en un depósito tipo flash FT a presión ambiente. El vapor vaporizado repentinamente ST<sub>3</sub> se suministra preferentemente a los sistemas LVHC (bajo volumen alta concentración) o HVLC (alto volumen baja concentración), este último después de diluir los gases, para su eliminación y preferentemente para la combustión de gases malolientes. Tal como también se describe, el licor de cocción utilizado vaporizado repentinamente se envía primero a un separador de nudos tipo knotter, y los nudos que se extraen del licor de cocción utilizado se envían al sistema de manejo de nudos y luego se reintroducen en el fondo del recipiente A.

En esta forma de realización, se muestra un digestor B con 2 zonas de cocción concurrentes, una zona de cocción sobre la primera sección de pantalla SC<sub>2</sub> y una segunda zona de cocción sobre la sección de pantalla final SC<sub>3</sub> en la parte inferior del digestor, pero se puede aplicar cualquier tipo de esquema de cocción en el recipiente digestor B. De manera convencional, es preferible una zona final de lavado a contracorriente aplicada en el fondo del digestor añadiendo agua de lavado/lavado. La pulpa final con un número kappa inferior a 40 se suministra desde el fondo en flujo P<sub>fuera</sub>.

#### **Formas de realización alternativas**



## ES 2 750 703 T3

5 La invención se podría llevar a cabo de varias maneras diferentes además de la que se describe en la figura 1. El recipiente digestor B se podría hacer funcionar según EAPC, MCC, ITC o Lo-Solids Cooking, con o sin cargas adicionales de álcali en algunas circulaciones del digestor. Si el recipiente de impregnación funciona con la parte superior fría, entonces también se puede añadir licor negro al recipiente de impregnación para alcanzar las razones deseadas de líquido con respecto a madera necesarias (si la carga del licor de polisulfuro no resulta suficiente).

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la preparación de pulpa kraft con un rendimiento de pulpa aumentado a partir de material celulósico que contiene lignina utilizando licor de cocción de polisulfuro, caracterizado por que comprende:

5 suministrar un material celulósico (virutas) que contiene lignina no vaporizado previamente a la parte superior de un primer recipiente vertical (A) que funciona a una presión aplicada en la parte superior del primer recipiente de como máximo 0,2 bar y, preferentemente de como máximo 0,1 bar, y establecer un nivel superior de material celulósico que contiene lignina (LE<sub>1</sub>) en el primer recipiente (A);

10 cargar por lo menos el 80% de la carga total del licor alcalino de cocción, en forma de licor de polisulfuro (licor naranja), al primer recipiente (A) y establecer un nivel inferior de licor (LE<sub>2</sub>) por debajo de dicho nivel superior (LE<sub>1</sub>), estando dicho licor de polisulfuro calentado a una temperatura por encima del punto de ebullición antes de la adición del licor de polisulfuro, permitiendo que el agua se evapore del licor de polisulfuro y, por lo tanto, vaporice el material celulósico que contiene lignina mantenido en un volumen por encima del nivel inferior del licor (LE<sub>2</sub>);

20 mantener el material celulósico que contiene lignina suspendido en el primer recipiente (A) durante un tiempo que alcanza un factor H de por lo menos 1 y, preferentemente, un factor H comprendido entre 1 y 20;

25 suministrar el material que contiene lignina suspendido desde el fondo del primer recipiente (A) hasta la parte superior de un segundo recipiente vertical (B) donde el material celulósico que contiene lignina es cocido a la temperatura de cocción completa en el intervalo comprendido entre 130°C y 160°C hasta un número kappa final por debajo de 40, al mismo tiempo que se añade cualquier carga restante del licor de cocción alcalino, preferentemente en forma de licor de polisulfuro, durante el suministro a o la cocción en el segundo recipiente (B).

30 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que un vapor adicional es añadido al volumen del material celulósico que contiene lignina mantenido por encima del nivel inferior (LE<sub>2</sub>) de licor.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que una parte del volumen de licor en el primer el recipiente (A) es retirada de la pared del primer recipiente y es circulada de vuelta al volumen del material celulósico que contiene lignina en una primera circulación.

35 4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que la primera circulación es calentada a partir de una fuente de calor (HE<sub>1</sub>, HE<sub>2</sub>).

5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que el licor de polisulfuro es añadido a la primera circulación.

40 6. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que el licor de polisulfuro añadido al primer recipiente (A) es calentado a partir de una fuente de calor (HE<sub>1</sub>, HE<sub>2</sub>).

45 7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que el licor de polisulfuro calentado es añadido a la primera circulación.

8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4 o 6, en el que la fuente de calor (HE<sub>1</sub>, HE<sub>2</sub>) es licor de cocción utilizado caliente retirado del segundo recipiente (B).

50 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4 o 6, en el que la fuente de calor (HE<sub>1</sub>, HE<sub>2</sub>) es vapor, preferentemente vapor de la red de vapor de baja presión de la fábrica de pulpa.

55 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 9, en el que el licor en el primer recipiente presenta una concentración alcalina por encima de 60 g/l y una concentración de polisulfuro por encima de 3 g/l, o por encima de 0,09 mol/l, cuando se añade el licor de cocción de polisulfuro, estableciendo una razón de licor respecto a madera en el intervalo comprendido entre 2,0 a 3,2 en dicho primer recipiente (A).

60 11. Sistema para la preparación de pulpa kraft con un rendimiento de pulpa aumentado a partir de un material celulósico que contiene lignina utilizando un licor de cocción de polisulfuro adaptado para realizar el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 10, en el que el sistema comprende;

65 un primer recipiente vertical (A), configurado como un recipiente combinado de vaporización e impregnación y configurado para funcionar a una presión aplicada en la parte superior del primer recipiente (A) de como máximo 0,2 bar y, preferentemente de como máximo 0,1 bar, y para establecer un nivel superior de material celulósico que contiene lignina (LE<sub>1</sub>) en el primer recipiente (A);

unos medios (CB, SF) para suministrar un material celulósico que contiene lignina no vaporizado previamente

- al primer recipiente vertical (A);
- unos medios (HE<sub>1</sub>, HE<sub>2</sub>) para calentar un licor de cocción alcalino, en forma de licor de polisulfuro (licor naranja), a una temperatura por encima del punto de ebullición;
- 5 unos medios (CP, SC<sub>1</sub>) para cargar el licor de polisulfuro calentado (licor naranja), al primer recipiente (A) y para establecer un nivel inferior de licor (LE<sub>2</sub>) por debajo de dicho nivel superior de material celulósico que contiene lignina (LE<sub>1</sub>);
- 10 un segundo recipiente vertical (B), configurado como recipiente de cocción;
- unos medios (CS, TR<sub>RET</sub>) para suministrar el material que contiene lignina suspendido desde el fondo del primer recipiente (A) hasta la parte superior del segundo recipiente vertical (B) donde el material celulósico que contiene lignina es cocido a la temperatura de cocción completa en el intervalo comprendido entre 130°C y 160°C; y
- 15 unos medios para añadir cualquier carga restante del licor de cocción alcalino, preferentemente en forma de licor de polisulfuro, durante el suministro a o la cocción en el segundo recipiente (B).
- 20 12. Sistema según la reivindicación 11, en el que los medios (CB, SF) para suministrar el material celulósico que contiene lignina no vaporizado previamente comprenden por lo menos uno de entre una cinta transportadora (CB) a la parte superior del primer recipiente (A) y un alimentador de compuerta (SF).
- 25 13. Sistema según la reivindicación 11 o 12, en el que los medios (HE<sub>1</sub>, HE<sub>2</sub>) para calentar el licor de cocción alcalino comprenden por lo menos un intercambiador de calor (HE<sub>1</sub>) adaptado para calentar el licor de cocción alcalino utilizando calor residual del licor de cocción utilizado retirado del segundo recipiente (B),
- 30 14. Sistema según una de las reivindicaciones 11 a 13, en el que los medios (CP, SC<sub>1</sub>) para cargar el licor de polisulfuro calentado (licor naranja) al primer recipiente (A) comprenden por lo menos una pantalla de retirada (SC<sub>1</sub>) en una pared del primer recipiente (A) y unas tuberías y bombas que conducen el licor de tratamiento retirado de vuelta al centro del primer recipiente (A) utilizando una tubería central (CP).
- 35 15. Sistema según una de las reivindicaciones 11 a 14 en el que los medios (CS, TR<sub>RET</sub>) para suministrar el material que contiene lignina suspendido desde el fondo del primer recipiente (A) hasta la parte superior del segundo recipiente vertical (B) comprenden:
- un separador superior (TS) dispuesto en la parte superior del segundo recipiente (B) y
- 40 una línea de retorno (TR<sub>RET</sub>) conectada entre el primer recipiente (A) y el segundo recipiente (B) para retornar el licor de tratamiento retirado del separador superior (TS) al primer recipiente (A).

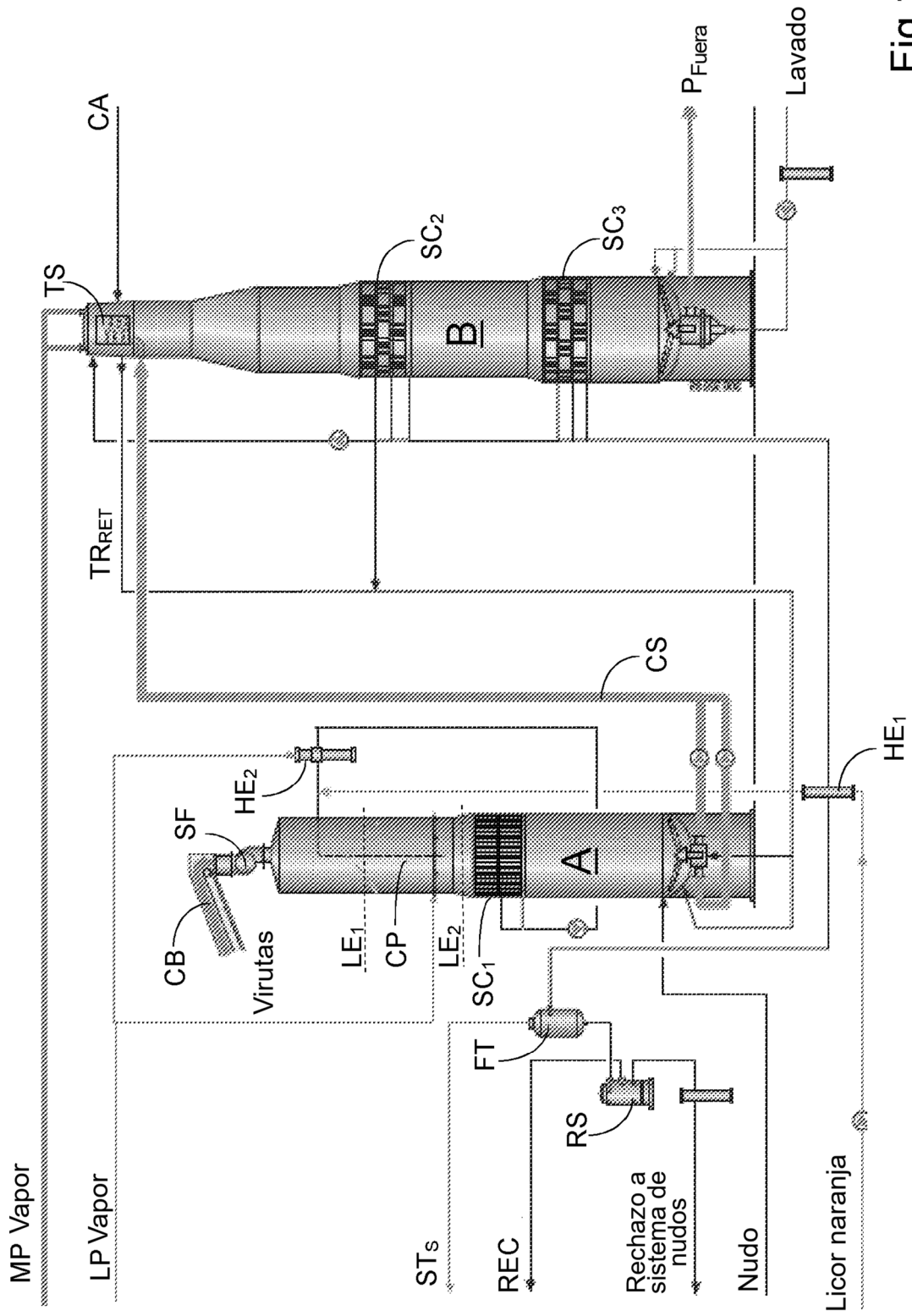


Fig.1