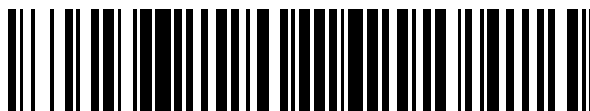


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 759 486**

51 Int. Cl.:

D21C 3/02 (2006.01)

D21C 3/06 (2006.01)

D21H 11/02 (2006.01)

D21H 13/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.06.2015 E 15170245 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.11.2019 EP 3093389**

54 Título: **Pulpa en disolución**

30 Prioridad:

12.05.2015 SG 201503723

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

11.05.2020

73 Titular/es:

**PT ASIA PACIFIC RAYON (100.0%)
Jl. MH Thamrin, No. 31 Kel. Kebon Melati, Kec.
Tanah Abang, Jakarta Pusat
10230 Jakarta Pusat, ID**

72 Inventor/es:

**DEVANESAN, ALAGARATNAM JOSEPH;
CHAPMAN, ALAN A y
GINTING, EDUWARD**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 759 486 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

Pulpa en disolución

Campo técnico

5 La presente invención se refiere en general al procesamiento de pulpa y más específicamente a una pulpa alternativa y a métodos para producir la misma.

Técnica antecedente

10 La pulpa en disolución es una pulpa de madera blanqueada que tiene un alto contenido de celulosa, por ejemplo más de aproximadamente el 90% de contenido de celulosa, o más de aproximadamente 96% de contenido de celulosa. Típicamente, se blanquea a un alto nivel de brillo y tiene propiedades específicas, tal como una distribución de peso molecular uniforme. Se llama pulpa en disolución porque no se convierte en papel, sino que se disuelve en un solvente o de otra manera se convierte en una solución homogénea que luego puede hilarse para producir fibras textiles o reaccionar químicamente para producir un amplio rango de derivados de celulosa.

15 Muchas especies de madera se pueden usar para producir pulpa en disolución, sin embargo, las especies de pino y Eucalyptus se usan predominantemente en la actualidad. La mayoría de la pulpa en disolución se produce a partir de especies de madera dura principalmente debido a la disponibilidad, densidad, coste y relativa facilidad de deslignificación. Plantas anuales tales como la caña, bagasse y bambú también se han probado en el pasado, sin embargo, la dificultad para reducir el contenido de sílica de las pulpas resultantes ha resultado problemática y su uso no está muy extendido.

20 Como la selección de especies particulares de madera dura para hacer pulpa en disolución requiere un conocimiento sustancial de las propiedades químicas y físicas de la especie de madera, los esfuerzos para explorar la posibilidad de usar otros materiales de madera dura para la producción de pulpa de grado de disolución han sido mínimos en el mejor de los casos.

25 De manera notable, la pulpa de madera de grado de disolución se puede utilizar para producir viscosa. La viscosa (también llamada rayón viscosa) es una fibra artificial a base de celulosa producida mediante el tratamiento químico de la celulosa natural, predominantemente pulpa de madera de grado de disolución, utilizando un proceso de viscosa. A veces se usa celulosa de fibras de algodón (borras de algodón) pero esta no es la norma. El proceso de viscosa puede usarse para producir fibras de rayón con diferentes propiedades físicas y químicas dependiendo de lo que se requiera para producir productos finales, que pueden incluir variedades tejidas, no tejidas y de alta tenacidad.

30 El rayón viscosa tiene muchas propiedades similares al algodón. Se tiñe fácilmente, no se encoge cuando se calienta y es biodegradable. En consecuencia, se usa en muchas aplicaciones textiles y de vestimenta y a menudo se mezcla con otras fibras. Tiene buena permeabilidad al aire y es un buen conductor de calor, lo que lo convierte en una fibra fresca y cómoda adecuada para su uso en climas cálidos. También se usa en productos de higiene desechables debido a su alta absorción de humedad, que es mayor que la del algodón.

35 Del mismo modo, los esfuerzos para explorar la posibilidad de utilizar pulpa en disolución producida a partir de otras especies de madera han sido mínimos.

Por lo tanto, existe la necesidad de proporcionar una pulpa en disolución alternativa, métodos de preparación de la misma y métodos de uso de la pulpa en disolución para preparar nuevas fibras de viscosa.

Resumen

40 En un aspecto, se proporciona una pulpa en disolución que comprende material celulósico que consiste en *Acacia crassicarpa*. Ventajosamente, a diferencia de otras especies taxonómicamente cercanas, por ejemplo, *Acacia mangium*, se ha encontrado sorprendentemente que *Acacia crassicarpa* contiene cantidades relativamente bajas de contenido lipofílico o extractos lipofílicos, lo que lo hace adecuado para su uso en la preparación de una pulpa en disolución que cumple con los estrictos requisitos industriales.

45 También se divulga una composición celulósica que comprende pulpa de *Acacia crassicarpa*, caracterizada porque la pulpa de *Acacia crassicarpa* es al menos 50% en peso por el contenido de sólidos de dicha composición.

También se divulga una composición que comprende astillas de madera de *Acacia crassicarpa*, y al menos un medio de hidrolización.

El uso de la composición para preparar una pulpa en disolución se divulga en este documento.

50 En otro aspecto, se proporciona un método para preparar pulpa en disolución, comprendiendo el método: (a) hidrolizar una composición que comprende material celulósico o lignocelulósico que consiste en *Acacia crassicarpa* para formar de ese modo una composición celulósica o lignocelulósica tratada; (b) calentar la composición tratada bajo condiciones para producir dicha pulpa en disolución.

En un aspecto adicional, se proporciona un método para producir fibras de celulosa regeneradas, comprendiendo el método: (a) tratamiento base de una pulpa en disolución que consiste en *Acacia crassicarpa* para producir xantato de celulosa; (b) neutralizar dicho xantato de celulosa para producir dichas fibras de celulosa regeneradas.

- 5 En otro aspecto, se proporciona fibra de celulosa regenerada que comprende material celulósico que consiste en *Acacia crassicarpa*, caracterizándose el material celulósico de *Acacia crassicarpa* por un contenido lipofílico de entre 0 y 0.20% en peso.

En un aspecto todavía adicional, se proporciona un textil que comprende fibra de celulosa regenerada como se divulga en este documento.

Definiciones

- 10 Las siguientes palabras y términos utilizados en este documento tendrán el significado indicado:

El término "constituyentes lipofílicos" incluye ácidos grasos, esteroides, hidrocarburos, hidrocarburos esteroideos y cetonas que están presentes en la madera y son solubles en solventes orgánicos. Los componentes lipofílicos pueden ser extraídos por solventes orgánicos tales como el diclorometano (DCM) y la acetona. Por lo tanto, los componentes lipofílicos pueden denominarse "extractos lipofílicos", o más específicamente, "extractos en DCM" o "extractos en acetona". El término "contenido lipofílico" también se usa indistintamente en el presente documento.

- 15 El término "celulosa" o sus variantes gramaticales se refiere a un homopolímero de unidades de D-glucosa enlazadas por β (1 $\rightarrow$ 4) que forman una cadena lineal. La celulosa puede contener de varios cientos a varios miles o más unidades de glucosa, lo que hace que la celulosa sea un polisacárido. La celulosa se encuentra en muchos productos naturales, tales como las paredes celulares de las plantas, y por lo tanto se puede encontrar en madera, pulpa y algodón, entre otros. En algunas realizaciones, "celulosa" se refiere a material orgánico o biomasa que es sustancialmente libre de lignina.

- 20 El término "lignocelulosa" o variantes gramaticales de la misma, se usa aquí para referirse a material orgánico o biomasa que contiene celulosa, hemicelulosa y lignina. Los polímeros de carbohidratos (celulosa y hemicelulosas) están fuertemente unidos a la lignina. En general, estos materiales también pueden contener xilano, proteínas y/u otros carbohidratos, tales como el almidón. El material lignocelulósico se encuentra, por ejemplo, en los tallos, cortezas, vainas, cáscaras y mazorcas de plantas u hojas, ramas y madera de árboles. El material lignocelulósico puede incluir biomasa vegetal virgen y/o biomasa vegetal no virgen, tal como biomasa agrícola, productos orgánicos comerciales, escombros de construcción y demolición, desechos sólidos municipales, papel de desecho y desechos de jardín. Las formas comunes de material lignocelulósico incluyen árboles, arbustos, pastos, trigo, paja de trigo, bagazo de caña de azúcar, maíz, corteza del maíz, grano de maíz, incluida la fibra de los granos, productos y subproductos de la molienda de granos como el maíz, el arroz, el trigo, y cebada (incluida la molienda en húmedo y molienda en seco), así como los residuos sólidos municipales, los residuos de papel y los residuos de jardinería. El material lignocelulósico también puede ser, pero no limitado a, material herbáceo, residuos agrícolas, residuos forestales y residuos de fábricas de papel. Ejemplos adicionales incluyen, pero no se limitan a, ramas, arbustos, bastones, maíz y corteza del maíz, cultivos energéticos, bosques, frutas, flores, granos, pastos, cultivos herbáceos, hojas, corteza, agujas, troncos, raíces, plantones, cultivos leñosos de rotación corta, arbustos, pastos varilla, árboles, hortalizas, cáscaras de frutas, enredaderas, pulpa de remolacha azucarera, acemites de trigo, cáscaras de avena, maderas duras y blandas, materiales de desecho orgánicos generados a partir de procesos agrícolas, incluidas las actividades de labranza y forestales, específicamente los desechos de madera forestal, o una mezcla de los mismos.
- 30 El material lignocelulósico puede comprender materiales blanqueados, tales como pulpa blanqueada o materiales sin blanquear.

- 35 Como se usa en el presente documento, el término "hemicelulosa" se refiere a un heteropolímero que contiene diferentes unidades de sacárido, tales como, pero sin limitación, xilosa, manosa, galactosa, ramnosa y arabinosa. La hemicelulosa forma un polímero ramificado con varios cientos a varios miles de unidades de azúcar. La hemicelulosa puede incluir azúcares de pentosa y hexosa.

La palabra "sustancialmente" no excluye "completamente" por ejemplo una composición que está "sustancialmente libre" de Y puede estar completamente libre de Y. Cuando sea necesario, la palabra "sustancialmente" puede omitirse de la definición de la invención.

- 40 A menos que se especifique otra cosa, los términos "que comprende" y "comprenden", y las variantes gramaticales de los mismos, pretenden representar el lenguaje "abierto" o "inclusivo" de tal manera que incluyan elementos citados pero también permitan la inclusión de elementos adicionales no citados.

- 45 Como se usa en este documento, el término "aproximadamente", en el contexto de concentraciones de componentes de las formulaciones, típicamente significa +/- 5% del valor establecido, más típicamente +/- 4% del valor establecido, más típicamente +/- 3% del valor establecido, más típicamente +/- 2% del valor establecido, incluso más típicamente +/- 1% del valor establecido, e incluso más típicamente +/- 0.5% del valor establecido.

A lo largo de esta divulgación, ciertas realizaciones pueden divulgarse en un formato de rango. Debe entenderse que la descripción en formato de rango es meramente por conveniencia y brevedad y no debe interpretarse como una limitación inflexible en el alcance de los rangos divulgados. En consecuencia, se debe considerar que la descripción de un rango ha divulgado específicamente todos los subrangos posibles, así como los valores numéricos individuales dentro de ese rango. Por ejemplo, se debe considerar que la descripción de un rango tal como del 1 al 6 ha divulgado específicamente subrangos tales como del 1 al 3, del 1 al 4, del 1 al 5, del 2 al 4, del 2 al 6, de 3 a 6, etc., así como números individuales dentro de ese rango, por ejemplo, 1, 2, 3, 4, 5 y 6. Esto se aplica independientemente de la amplitud del rango.

Ciertas realizaciones también pueden describirse de manera amplia y genérica en este documento. Cada una de las especies más estrechas y agrupaciones subgenéricas que caen dentro de la divulgación genérica también forman parte de la divulgación. Esto incluye la descripción genérica de las realizaciones con una condición o limitación negativa que elimina cualquier asunto objeto del género, independientemente de si el material suprimido se menciona específicamente aquí o no.

Breve descripción de los dibujos

Los dibujos adjuntos ilustran una realización divulgada y sirven para explicar los principios de la realización divulgada. Sin embargo, debe entenderse que los dibujos están diseñados con fines ilustrativos únicamente, y no como una definición de los límites de la invención.

La figura 1 muestra una ilustración de un proceso *Kraft* previo a la hidrólisis de acuerdo con una realización de la presente divulgación.

La figura 2 muestra una ilustración de un proceso de viscosa de acuerdo con una realización de la presente divulgación.

La figura 3 muestra un gráfico del comportamiento previo al envejecimiento de la celulosa alcalina preparada en laboratorio a partir de tres muestras a las que se hace referencia en el Ejemplo 2: pulpa en disolución *Kraft* de prehidrólisis de *Acacia crassiparva*, pulpa en disolución *Kraft* de prehidrólisis de *Eucalyptus* y una pulpa de *Eucalyptus* de referencia disponible comercialmente.

La figura 4 muestra un gráfico de las distribuciones relativas de volumen de partículas de soluciones diluidas de dopaje por viscosa preparadas en laboratorio al madurar a partir de tres muestras a las que se hace referencia en el Ejemplo 2: pulpa en disolución *Kraft* de prehidrólisis de *Acacia crassiparva*, pulpa en disolución *Kraft* de prehidrólisis de *Eucalyptus* y una pulpa de *Eucalyptus* de referencia disponible comercialmente.

La figura 5 muestra un gráfico del comportamiento posterior a la maduración de soluciones de dopaje por viscosa preparadas en laboratorio a partir de tres muestras a las que se hace referencia en el Ejemplo 2: pulpa en disolución *Kraft* de prehidrólisis de *Acacia crassiparva*, pulpa en disolución *Kraft* de prehidrólisis de *Eucalyptus* y una pulpa de *Eucalyptus* de referencia disponible comercialmente.

Descripción detallada

La presente divulgación sirve para explorar la posibilidad de usar *Acacia* para la producción de pulpa en disolución y usar pulpa en disolución *Kraft* previa a la hidrólisis producida a partir de *Acacia crassiparva* para la producción de fibras de viscosa.

Muchas especies de madera se han utilizado para la producción comercial de pulpa. Sin embargo, las especies de *Acacia* no se han utilizado para la producción comercial de pulpa de grado de disolución. La pulpa *Kraft* se diferencia de la pulpa en disolución en que la lignina y la hemicelulosa se eliminan de la pulpa en disolución. La eliminación de lignina y hemicelulosa hace que la pulpa sea soluble y, por lo tanto, es una pulpa "en disolución". Adicionalmente, la eliminación de lignina y hemicelulosa aumenta el contenido celulósico de la pulpa para dar como resultado una pulpa con propiedades mecánicas más fuertes.

Por lo tanto, la pulpa en disolución es una composición que comprende una pulpa celulósica de material de madera en bruto. La pulpa en disolución o la pulpa de grado de disolución se pueden producir a partir de madera usando un proceso como se divulga en este documento.

Existen diferentes especificaciones comerciales para disolver pulpa de grado dependiendo de su aplicación. Las especificaciones típicas de pulpa para pulpa de grado de disolución utilizadas para la producción de rayón viscosa se muestran en la Tabla 1 a continuación.

[Tabla 1]

No	Parámetros	Unidad	Especificación
1	Brillo	% ISO	≥ 89.0
2	Blancura	% ISO	Min 78.0
3	Viscosidad	Cp	11.0 - 14.0
		ml/gr	401 - 456
4	Pentosano	%	≤ 3.0
5	S10	%	≤ 7.5
6	S18	%	≤ 4.0
7	Alpha Cellulose	%	≥ 94.0
8	Ceniza	%	≤ 0.10
9	Sílica	ppm	≤ 80.0
10	Calcio	ppm	≤ 75
11	Magnesio	ppm	≤ 150
12	Sodio	ppm	≤ 300
13	Hierro	ppm	≤ 15
14	Extractos en DCM	%	≤ 0.20

Se ha descubierto que la *Acacia crassicarpa* contiene una baja cantidad de constituyentes lipofílicos y, por lo tanto, puede cumplir con las especificaciones de pulpa requeridas para pulpa de grado en disolución. Los componentes lipofílicos (o extractos lipofílicos) incluyen ácidos grasos, esteroides, hidrocarburos, hidrocarburos esteroideos y cetonas que están presentes en la madera y son solubles en solventes orgánicos. La presencia de contenido lipofílico en la madera tiene efectos negativos sobre el proceso de producción de pulpa y la calidad de la pulpa en disolución producida. Por ejemplo, las propiedades reductoras de la pulpa pueden verse afectadas por esteroides y ácidos grasos saturados con una longitud de cadena de carbono inferior a C₂₀. La viscosidad de la pulpa puede aumentar con un aumento en la cantidad de residuos de esteroides, y dar como resultado dificultades en la operabilidad del proceso de producción de pulpa. Además, un aumento en la cantidad de contenido lipofílico puede afectar negativamente el rendimiento de alfa celulosa. La alfa celulosa es deseable ya que tiene el mayor grado de polimerización y es la más estable en comparación con la hemicelulosa, la beta celulosa y la gamma celulosa. Las hemicelulosas son amorfas y, por lo tanto, contribuyen a la resistencia mecánica de la pulpa o las fibras en un efecto menor en comparación con las celulosas.

Por consiguiente, en algunas realizaciones, se proporciona una pulpa en disolución que comprende material celulósico que consiste en *Acacia crassicarpa*.

Los componentes lipofílicos en la madera se extraen con solventes orgánicos, tales como diclorometano, acetona, cloroformo y éter dietílico. Los extractos de diclorometano (DCM) de *Acacia crassicarpa* pueden ser menos de aproximadamente 1% en peso, o menos de aproximadamente 0.5% en peso, o menos de aproximadamente 0.4% en peso, o aproximadamente 0.33% en peso o menos, o menos de aproximadamente 0.3% en peso, o menos de aproximadamente 0.25% en peso, o menos de aproximadamente 0.2% en peso, o menos de aproximadamente 0.1% en peso, o entre 0 hasta aproximadamente 0.2% en peso, de la madera; y menos de aproximadamente 0.2% en peso, o aproximadamente 0.1% en peso o menos de la pulpa. Como comparación, los extractos de DCM de *Acacia Mangium* son aproximadamente 1.21% en peso de la madera y aproximadamente 0.29% en peso de la pulpa. Los extractos de

acetona de *Acacia crassicarpa* pueden ser menos de aproximadamente 0.5% en peso, o menos de aproximadamente 0.4% en peso, o menos de aproximadamente 0.3% en peso, o aproximadamente 0.2% en peso o menos de la pulpa.

Por lo tanto, la *Acacia crassicarpa* tiene ventajosamente propiedades químicas superiores en comparación con otras especies de *Acacia*. Además, ventajosamente, debido a que la *Acacia crassicarpa* tiene componentes lipofílicos más bajos, las fibras de madera se pueden segregar fácilmente y la operabilidad de la madera y la pulpa durante toda la cadena de suministro y los procesos de producción se pueden manejar fácilmente. En realizaciones, la *Acacia crassicarpa* se usa como materia prima en la producción de pulpa en disolución.

Los polisacáridos que producen azúcares de pentosa tras la hidrólisis se denominan pentosanos. Xilano (un tipo de hemicelulosa) es un ejemplo de pentosano. La etapa de prehidrólisis ácida como se divulga en el presente documento degrada las hemicelulosas en el material de madera en bruto. Por lo tanto, la cantidad de pentosano en la pulpa en disolución indica la cantidad de hemicelulosa que queda en la pulpa en disolución producida. La pulpa en disolución que comprende *Acacia crassicarpa* puede tener entre aproximadamente 2.0 mg y aproximadamente 3.0 mg de pentosanos por 100 mg de material de madera en bruto. Por lo tanto, la pulpa en disolución descrita puede tener una cantidad de pentosano entre aproximadamente 2.0% en peso y aproximadamente 3.0% en peso. En realizaciones, la cantidad de pentosano es inferior hasta aproximadamente 2.9% en peso, o inferior hasta aproximadamente 2.8% en peso, o inferior hasta aproximadamente 2.7% en peso, o inferior hasta aproximadamente 2.6% en peso, o inferior hasta aproximadamente 2.5% en peso, y superior hasta aproximadamente 3.0% en peso.

La pulpa en disolución divulgada puede tener un contenido alfacelulósico total de más de aproximadamente 90% en peso, o más de aproximadamente 95% en peso, o más de aproximadamente 96% en peso, de carbohidratos totales en la pulpa en disolución. La pulpa en disolución divulgada puede tener un contenido de alfa celulosa de más de aproximadamente 90% en peso, o más de aproximadamente 91% en peso, o más de aproximadamente 92% en peso, o más de aproximadamente 93% en peso, o aproximadamente 94% en peso o más, o aproximadamente 95% en peso o más, o aproximadamente 96% en peso o más, de carbohidratos totales en la pulpa en disolución. La pulpa en disolución divulgada puede tener un contenido de alfa celulosa de al menos entre aproximadamente 90% en peso y aproximadamente 99% en peso de carbohidratos totales en la pulpa en disolución. En una realización, la pulpa en disolución divulgada puede tener un contenido de alfa celulosa de aproximadamente el 96.4% en peso de carbohidratos totales en la pulpa en disolución.

La cantidad de hemicelulosa presente en la pulpa en disolución puede ser más de aproximadamente 2.5%, o más de aproximadamente 3%, o más de aproximadamente 3.1%, o más de aproximadamente 3.2%, de carbohidratos totales en la pulpa en disolución.

Las resistencias alcalinas son importantes para predecir el rendimiento del producto y la proporción de fracción de celulosa de alto peso molecular. La resistencia de la celulosa en la pulpa en disolución a la solución de hidróxido de sodio al 18% se denomina "R18", mientras que la resistencia de la celulosa en la pulpa en disolución a la solución de hidróxido de sodio al 10% se denomina "R10". Una solución de hidróxido de sodio al 18% (R18) disuelve la hemicelulosa, mientras que una solución de hidróxido de sodio al 10% (R10) disuelve tanto la celulosa de bajo peso molecular como la hemicelulosa. Una mayor proporción de celulosa de alto peso molecular, por ejemplo la alfa celulosa es deseable y, por lo tanto, son deseables valores superiores de R18. La resistencia de la celulosa en la pulpa que se disuelve en una solución de hidróxido de sodio al 18% puede ser más de aproximadamente 95%, o más de aproximadamente 96%, o más de aproximadamente 97%, o más de aproximadamente 98%.

Cuanto mayor sea la diferencia entre los valores R18 y R10, mayor será la cantidad de celulosa degradada en la pulpa en disolución. En una realización, la diferencia entre el valor R18 y el valor R10 de la pulpa en disolución divulgada es más de aproximadamente 0.5, o más de aproximadamente 0.6, o más de aproximadamente 0.7, o más de aproximadamente 0.8, o más de aproximadamente 0.9, o más de aproximadamente 1.0.

La solubilidad de la celulosa en la pulpa en disolución en solución de hidróxido de sodio al 18% se denomina "S18", mientras que la solubilidad de la celulosa en la pulpa en disolución a solución de hidróxido de sodio al 10% se denomina "S10". Los valores de S10 y S18 son indicativos de la solubilidad de la pulpa e indican la cantidad de pérdidas de material durante el procesamiento de la pulpa, que típicamente implica el uso de una solución de hidróxido de sodio. Los valores S10 y S18 son el inverso de los valores R10 y R18 respectivos, y se calculan restando los valores R10 y R18 respectivos del 100%. La solubilidad de la celulosa en la pulpa que se disuelve en una solución de hidróxido de sodio al 18% puede ser inferior hasta aproximadamente 5%, o inferior hasta aproximadamente 4%, o inferior hasta aproximadamente 3% o inferior hasta aproximadamente 2%. La solubilidad de la celulosa en la pulpa que se disuelve en una solución de hidróxido de sodio al 10% puede ser menor que aproximadamente 10%, o menor que aproximadamente 8%, o menor que aproximadamente 7%, o menor que aproximadamente 6%, o menor que aproximadamente 5%. La pulpa en disolución se puede producir a partir de madera usando un proceso *Kraft* previo a la hidrólisis como se divulga en este documento.

El proceso *Kraft* (o sulfato) es un proceso de producción de pulpa comúnmente utilizado en el que la madera se trata y cocina utilizando una mezcla alcalina acuosa de hidróxido de sodio y sulfuro de sodio. Este tratamiento degrada y hace soluble la lignina dentro y entre las fibras de madera, permitiendo la separación de las fibras.

"La producción de pulpa" generalmente se refiere al proceso para lograr la separación de la fibra. La madera y otros materiales vegetales orgánicos comprenden celulosa, hemicelulosa, lignina y otros componentes menores. La lignina es una red de polímeros intercalados entre fibras individuales y funciona como un adhesivo intercelular para unir fibras de madera individuales. Durante un proceso de producción de pulpa, las macromoléculas de lignina se fragmentan, liberando así las fibras celulósicas individuales y disolviendo las impurezas que pueden causar decoloración y futura desintegración del papel u otro producto final.

La producción de pulpa en disolución mediante el proceso *Kraft* utiliza una etapa adicional de tratamiento de prehidrólisis ácida que se usa para degradar las hemicelulosas contenidas en la madera y, por lo tanto, se denomina "un proceso *Kraft* de prehidrólisis". Esta etapa de prehidrólisis ácida se requiere debido a la resistencia de los componentes de hemicelulosa a la degradación en medios alcalinos. El licor ácido producido que contiene los componentes de hemicelulosa degradados generalmente se evapora y se quema para producir energía o se descarta como desecho.

Por consiguiente, en las realizaciones, el método de preparación de la pulpa en disolución comprende: (a) hidrolizar una composición que comprende material celulósico o lignocelulósico que consiste en *Acacia crassicarpa* para formar de ese modo una composición celulósica o lignocelulósica tratada; (b) calentar la composición tratada bajo condiciones para producir la pulpa en disolución.

El rendimiento de la pulpa en disolución preparada de acuerdo con el método divulgado puede ser más de aproximadamente 30% en peso, o más de aproximadamente 35% en peso, o más de aproximadamente 36% en peso, o más de aproximadamente 37% en peso, o más de aproximadamente 38 % en peso, o más de aproximadamente 39% en peso, con base en el material de madera en bruto.

El proceso *Kraft* previo a la hidrólisis para preparar pulpa en disolución de acuerdo con una realización de la presente divulgación se ilustra en la figura 1.

Con referencia a la Fig. 1, la primer etapa es cortar material de madera en bruto en astillas de madera de un tamaño apropiado para llenar un recipiente digestor. Por ejemplo, más del 80% en peso de las astillas de madera pueden tener un tamaño de aproximadamente 7 mm o más y tener un espesor de aproximadamente 7 mm o menos. Una distribución típica del tamaño de la astilla de madera apropiada para llenar un recipiente digestor es la siguiente: las astillas de gran tamaño que tienen un tamaño de aproximadamente 45 mm o más grande son como máximo 0.5% en peso; las astillas excesivamente gruesas que tienen un espesor de aproximadamente 8 mm o más son como máximo 8% en peso; las astillas que tienen un tamaño de aproximadamente 7 mm o más y un espesor de aproximadamente 7 mm o menos (denominadas como "acepta") son al menos 82.5% en peso; las astillas que tienen un tamaño de entre aproximadamente 3 mm y aproximadamente 7 mm (denominados como "acepta pequeños") son como máximo 7% en peso; las astillas que tienen un tamaño de menos de aproximadamente 3 mm (denominados "finos") son como máximo 1% en peso; la corteza puede estar presente en un máximo de 1% en peso.

El tamaño de una astilla de madera se refiere al diámetro de la astilla si es sustancialmente esférica, o al diámetro equivalente de la astilla con respecto a las astillas esféricas si no es esférica.

Las astillas de madera pueden seleccionarse del grupo que consiste en: corteza, tallo, raíz y mezclas de los mismos. La madera puede seleccionarse de una planta caracterizada por un contenido lipofílico de menos del 0.25% en peso. La madera puede seleccionarse de *Acacia*. La madera puede seleccionarse de *Acacia crassicarpa*.

Las astillas de madera se agregan a un recipiente digestor en 102, en el que se puede agregar vapor a baja presión (LP) para ablandar las astillas de madera. El vapor de LP puede tener una presión de aproximadamente 4.0-4.2 barg.

El recipiente digestor puede ser cualquier digestor adecuado para calentar y cocinar madera en el proceso *Kraft* previo a la hidrólisis. El recipiente digestor puede seleccionarse apropiadamente para que sea relativamente resistente al calor y relativamente resistente a la corrosión.

En realizaciones, la etapa de hidrolización comprende una etapa de tratamiento del material celulósico o lignocelulósico que consiste en *Acacia crassicarpa* con un medio de hidrolización. El medio de hidrolización puede reaccionar con el material celulósico o lignocelulósico que consiste en *Acacia crassicarpa* para descomponer la hemicelulosa. Los polisacáridos de celulosas o hemicelulosas se hidrolizan para formar ácidos carboxílicos o ácidos orgánicos de bajo peso molecular. La hidrólisis es una reacción que implica la ruptura de un enlace en una molécula usando agua. La reacción se produce principalmente entre un ion (tal como un contraión catiónico de residuos de polisacáridos) y moléculas de agua y a menudo cambia el pH de una solución. Por lo tanto, los productos de reacción ácida como los ácidos orgánicos pueden formarse en el proceso de hidrólisis, dando como resultado un hidrolizado ácido.

Un ejemplo de un medio de hidrolización es vapor o vapor presurizado. En una realización, el medio de hidrolización está compuesto esencialmente de vapor. El vapor puede estar a una presión y temperatura como se divulga aquí. En una realización, el tratamiento con vapor puede realizarse a una o dos o una pluralidad de presiones. Por ejemplo, en 104, se puede agregar vapor a presión baja a media en el digestor para calentar la madera. El vapor agregado puede tener una presión entre aproximadamente 4 barg y aproximadamente 12 barg. El vapor agregado puede tener una

temperatura entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 200 °C. El vapor puede provenir de una fuente de vapor LP y tener una presión de aproximadamente 4.0-4.2 barg y una temperatura de aproximadamente 150-153 °C. El vapor puede provenir de una fuente de vapor de presión media (MP), y tener una presión de aproximadamente 11.0-11.5 barg y una temperatura de aproximadamente 190-200 °C. El vapor puede alternarse entre la fuente de vapor LP y la fuente de vapor MP. El vapor se puede agregar al fondo del digestor.

la etapa de hidrolización puede realizarse en un solo paso/etapa o en una pluralidad de pasos/etapas. En una realización, las astillas de madera pueden tratarse consecutivamente con vapor bajo condiciones de presión y temperatura variables.

La etapa de hidrólisis puede realizarse hasta que se cumplan ciertas condiciones. La madera puede tratarse bajo ciertas condiciones durante un período de tiempo predeterminado. Las ciertas condiciones pueden incluir, por ejemplo, agregar vapor hasta que la temperatura de las astillas de madera esté entre aproximadamente 160 y aproximadamente 175 °C y la presión en el digestor sea de aproximadamente 7 barg, y mantener estas condiciones durante aproximadamente 60 minutos hasta aproximadamente 120 minutos, o aproximadamente 75 minutos hasta aproximadamente 120 minutos, o aproximadamente 90 minutos hasta aproximadamente 120 minutos, o aproximadamente 105 minutos hasta aproximadamente 120 minutos, o aproximadamente 60 minutos hasta aproximadamente 105 minutos, o aproximadamente 60 minutos hasta aproximadamente 90 minutos, o aproximadamente 75 minutos hasta aproximadamente 105 minutos, o aproximadamente 90 minutos hasta aproximadamente 105 minutos, o aproximadamente 90 minutos hasta aproximadamente 100 minutos.

La etapa de hidrolización puede realizarse hasta que el hidrolizado tenga un pH de menos de aproximadamente 3, o menos de aproximadamente 2, o de aproximadamente pH 1 hasta aproximadamente pH 3, o de aproximadamente pH 2 hasta aproximadamente pH 3. La madera puede tratarse hasta que el hidrolizado tenga un pH de menos de aproximadamente 3, o menos de aproximadamente 2, o de aproximadamente pH 1 hasta aproximadamente pH 3, o de aproximadamente pH 2 hasta aproximadamente pH 3. En una realización, el hidrolizado es hidrolizado de vapor condensado.

En 104, el vapor puede reaccionar con los constituyentes en la madera para producir productos de reacción que son de naturaleza ácida. Por ejemplo, la hemicelulosa en la madera puede degradarse, dando como resultado una pulpa que es ventajosamente más alta en contenido de alfa celulosa y tiene una distribución de peso molecular de celulosa más uniforme en comparación con la pulpa producida sin una etapa de prehidrólisis ácida. Estas propiedades son necesarias particularmente para la producción de fibras de rayón de viscosa sintéticas. Los ácidos producidos pueden mejorar además la hidrólisis de los polisacáridos de la hemicelulosa.

En algunas realizaciones, la composición que experimenta hidrólisis ácida comprende astillas de madera de *Acacia crassiparva*, y al menos un medio de hidrolización. La composición divulgada se puede usar para preparar una pulpa en disolución.

En 106, la composición ácida puede neutralizarse añadiendo una solución alcalina, por ejemplo licor blanco caliente (HWL), en el recipiente digestor. El HWL puede almacenarse en un recipiente HWL ACC. El HWL se puede agregar a una temperatura de entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 150 °C, o entre aproximadamente 110 °C y aproximadamente 140 °C, o aproximadamente 135 °C. El HWL puede introducirse en el recipiente digestor, por ejemplo bombeando el HWL desde una fuente HWL. El licor blanco es una mezcla alcalina acuosa de hidróxido de sodio y sulfuro de sodio. El hidróxido de sodio puede estar presente en el licor blanco a una concentración de aproximadamente 60 g/L hasta aproximadamente 80 g/L, o aproximadamente 70 g/L hasta aproximadamente 75 g/L. El sulfuro de sodio puede estar presente en el licor blanco a una concentración de aproximadamente 30 g/L hasta aproximadamente 40 g/L, o aproximadamente 34 g/L hasta aproximadamente 35 g/L. El HWL puede alimentarse al recipiente digestor en una dirección a contracorriente o en una dirección concurrente en relación con el material de madera. En una realización, el HWL se alimenta al fondo del recipiente digestor para ayudar en el contacto del HWL con el material de madera en una dirección a contracorriente.

El producto de desecho del digestor se denomina licor negro. En este punto, el licor negro caliente (HBL) puede contener carbohidratos a partir de la degradación de la hemicelulosa. El HBL se puede retirarse de la parte superior del digestor. El HBL puede recolectarse en un recipiente HBL ACC II. Los recipientes que contienen el licor blanco caliente y el licor negro caliente pueden ser cualquier recipiente adecuado para el proceso *Kraft* previo a la hidrólisis. Los recipientes que contienen el licor blanco caliente y el licor negro caliente pueden seleccionarse individualmente de manera apropiada para que sean relativamente resistentes al calor y relativamente resistentes a la corrosión.

El proceso *Kraft* no comprende las etapas 104 y 106.

En 108, se puede agregar más licor blanco caliente, por ejemplo desde un recipiente HWL ACC, al recipiente digestor. El HWL degrada y hace soluble la lignina dentro y entre las fibras de madera, permitiendo así la separación de la fibra, para producir licor tratado. La degradación de la lignina puede comenzar en 106 y continuar en 108, o puede comenzar solo en 108. El HWL puede agregarse a una temperatura de entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 150 °C, o entre aproximadamente 110 °C y aproximadamente 140 °C, o aproximadamente 135 °C. El HWL puede introducirse en el recipiente digestor, por ejemplo bombeando el HWL desde una fuente HWL. El HWL puede

alimentarse al recipiente digestor en una dirección a contracorriente o en una dirección concurrente en relación con el material de madera. En una realización, el HWL se alimenta al fondo del recipiente digestor para ayudar en el contacto del HWL con el material de madera en una dirección a contracorriente.

5 En 108, se puede agregar licor negro caliente (HBL) al recipiente digestor antes, o al mismo tiempo, o después de la adición del HWL. El HBL puede almacenarse en un recipiente HBL ACC I. El HBL puede agregarse para mejorar la degradación de la lignina. El HBL se puede agregar en una cantidad para complementar la cantidad de HWL en el digestor. Se puede agregar el HBL para compensar el volumen requerido en el proceso de cocción. El HBL agregado en 108 puede comprender una mayor concentración de álcali para ayudar en el proceso de cocción. El HBL puede introducirse en el recipiente digestor, por ejemplo bombeando el HBL desde una fuente HBL. El HBL puede alimentarse al recipiente digestor en una dirección contracorriente o en una dirección concurrente con respecto al material de madera. En una realización, el HBL se alimenta al fondo del recipiente digestor para ayudar al contacto del HBL con el material de madera en una dirección contracorriente. El HBL y el HWL se pueden mezclar antes de agregarlos al digestor. El HBL y el HWL se pueden agregar por separado al digestor.

15 En este punto, el licor negro caliente eliminado del digestor puede contener carbohidratos a partir de la degradación de la hemicelulosa y/o la lignina degradada. El HBL se puede retirar de la parte superior del digestor. El HBL puede recolectarse en un recipiente HBL ACC II.

20 En 110, se puede agregar vapor de presión media (MP) al digestor para calentar y cocinar la composición para producir pulpa en disolución. El vapor MP puede tener una presión de aproximadamente 10.5-11.5 barg, o aproximadamente 11.0-11.5 barg, y una temperatura de aproximadamente 180-200 °C, o aproximadamente 190-200 °C. El vapor se puede agregar al digestor, por ejemplo por inyección, en la parte superior y/o la parte inferior del digestor y/o en el medio del digestor donde se producen las reacciones. El vapor se puede agregar hasta que se cumplan ciertas condiciones. La composición celulósica o lignocelulósica tratada en la solución alcalina se puede calentar o cocinar bajo ciertas condiciones durante un período de tiempo predeterminado. Las ciertas condiciones pueden incluir, por ejemplo, agregar vapor hasta que la temperatura de la composición esté entre aproximadamente 160 y 25 aproximadamente 170 °C y mantener estas condiciones durante una duración de aproximadamente 30 minutos hasta aproximadamente 60 minutos, o aproximadamente 40 minutos hasta aproximadamente 60 minutos, o aproximadamente 50 minutos hasta aproximadamente 60 minutos, o aproximadamente 30 minutos hasta aproximadamente 50 minutos, o aproximadamente 30 minutos hasta aproximadamente 40 minutos, o aproximadamente 40 minutos hasta aproximadamente 50 minutos, o aproximadamente 45 minutos hasta 30 aproximadamente 60 minutos.

En consecuencia, la etapa de calentamiento o cocción puede comprender calentar la composición tratada en presencia de una solución alcalina. La solución alcalina puede comprender licor blanco y/o licor negro. La solución alcalina puede comprender una mezcla de NaOH y Na₂S.

35 En algunas realizaciones, la composición celulósica obtenida después de la etapa de cocción comprende pulpa de Acacia crassicarpa, caracterizada porque la Acacia crassicarpa es al menos 50% en peso, o al menos 55% en peso, o al menos 60% en peso, por el contenido de sólidos de la composición celulósica. La composición celulósica puede lavarse o refinarse adicionalmente para obtener la pulpa en disolución divulgada.

40 En algunas realizaciones, la composición celulósica divulgada se caracteriza porque la pulpa de Acacia crassicarpa está sustancialmente libre de lignina. En algunas realizaciones, la composición celulósica divulgada se caracteriza porque la pulpa de Acacia crassicarpa está sustancialmente libre de lignina y tiene pequeñas cantidades de hemicelulosa, tal como las cantidades divulgadas aquí. En algunas realizaciones, la composición celulósica divulgada se caracteriza porque la pulpa de Acacia crassicarpa tiene un contenido lipofílico como se divulga en este documento, por ejemplo entre 0 y aproximadamente 0.20% en peso.

45 En algunas realizaciones, la composición celulósica comprende además una mezcla de licor, comprendiendo dicha mezcla de licor lignina, carbohidratos, hemicelulosa y sales inorgánicas.

Después del proceso de cocción, la pulpa en disolución puede someterse a diferentes procesos de tratamiento de pulpa. Los procesos de tratamiento de pulpa pueden seleccionarse según sea necesario. Los procesos de tratamiento de pulpa pueden disponerse en una secuencia según se requiera. Por ejemplo, la pulpa en disolución puede someterse a una deslignificación de oxígeno, en la cual se aplican oxígeno y material cáustico a la pulpa. La pulpa en disolución puede someterse a un proceso de blanqueo con dióxido de cloro (denotado por "D"), en el que se aplica dióxido de cloro a la pulpa. La pulpa en disolución puede someterse a otro proceso de blanqueo, en el que el material cáustico (denotado por "E"), el oxígeno (denotado por "O") y el peróxido de hidrógeno (denotado por "P") se aplican a la pulpa al mismo tiempo (por lo tanto denotado por "EOP").

55 En una realización, la pulpa en disolución puede someterse a deslignificación de oxígeno, seguido de blanqueo utilizando la secuencia OD(EOP)DP.

La composición celulósica divulgada se puede usar para preparar una pulpa en disolución.

En 112, se puede agregar licor de desplazamiento para lavar la pulpa producida. El licor de desplazamiento se puede agregar para retirar el licor negro caliente del digestor. Los productos químicos inorgánicos del proceso pueden recuperarse para su reutilización o reciclaje. Los componentes orgánicos pueden recuperarse para la generación de energía. El licor de desplazamiento puede comprender una solución de lavado de licor negro, que es el presado de la primera etapa de lavado de pulpa con licor negro corriente abajo de la planta de cocción del digestor. El licor de desplazamiento se puede agregar al fondo del digestor. El HBL puede retirarse de la parte superior del digestor y recolectarse en los vasos HBL ACC I y HBL ACC II.

En 114, la pulpa en disolución producida puede descargarse del digestor por el licor de desplazamiento, y retirarse a un tanque de descarga. La pulpa en disolución puede retirarse en el fondo del digestor.

En otro ejemplo, la pulpa en disolución se puede producir a partir de madera utilizando un proceso de sulfito ácido.

En el proceso de sulfito ácido, la madera puede tratarse con una solución acuosa de ácido sulfuroso y la sal de una sustancia química base tal como calcio o magnesio. El propósito de la producción de pulpa de sulfito ácido es no degradar o fragmentar la lignina, sino solubilizarla haciéndola más hidrófila en la naturaleza. Las pulpas de sulfito ácido pueden tener un contenido de hemicelulosa comparativamente más bajo y un contenido de celulosa más alto que la pulpa *Kraft* previa a la hidrólisis con un contenido de lignina similar. Las pulpas de sulfito ácido pueden ser relativamente fáciles de blanquear. El proceso de sulfito ácido divulgado puede ser capaz de producir pulpa en disolución con un contenido de celulosa de más de aproximadamente 90%, o más de aproximadamente 91%, o más de aproximadamente 92%, de carbohidratos totales en la pulpa en disolución.

Sin embargo, el proceso de sulfito ácido puede producir más contaminación en comparación con los procesos *Kraft* y pre-hidrólisis *Kraft*, ya que se puede descargar una mayor cantidad de SO₂ a la atmósfera. El proceso de sulfito ácido puede no ser capaz de disolver eficientemente los extractos y, por lo tanto, su uso puede ser aplicable a un rango más pequeño de especies de materia prima de madera. La pulpa en disolución se puede producir usando el proceso de sulfito ácido.

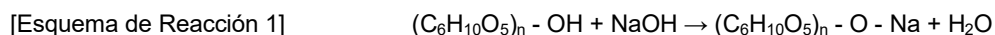
Ventajosamente, la etapa de cocción del proceso *Kraft* de pre-hidrólisis divulgado puede realizarse en una duración más corta que la etapa de cocción del proceso de sulfito ácido para lograr una calidad de pulpa en disolución similar. Ventajosamente, el proceso *Kraft* de pre-hidrólisis divulgado puede producir una pulpa mecánicamente más fuerte que el proceso de sulfito ácido. Ventajosamente, el proceso *Kraft* de pre-hidrólisis divulgado puede implicar una recuperación y reutilización más fáciles de los reactivos químicos que el proceso de sulfito ácido. Ventajosamente, el proceso *Kraft* de pre-hidrólisis divulgado puede implicar una tecnología de blanqueo eficiente para permitir que se cumplan los requisitos de pulpa en disolución relevantes.

Se puede producir viscosa a partir de la pulpa en disolución divulgada. Las fibras de celulosa de *Acacia crassicaarpa* pueden regenerarse en fibras de viscosa. Por consiguiente, en realizaciones, se proporciona un método para producir fibras de celulosa regeneradas. El método puede comprender una etapa (a) de tratamiento base de una pulpa en disolución de *Acacia crassicaarpa* para producir xantato de celulosa. El método puede comprender una etapa (b) de neutralizar el xantato de celulosa para producir las fibras de celulosa regeneradas.

El proceso de viscosa de acuerdo con una realización de la presente divulgación se ilustra en la figura 2.

En 202, la pulpa de grado de disolución se alcaliniza. La pulpa en disolución y el hidróxido de sodio acuoso pueden mezclarse entre sí. La pulpa en disolución se puede agregar antes, o al mismo tiempo, o después de agregar el hidróxido de sodio acuoso. La concentración del hidróxido de sodio usado puede estar entre aproximadamente 10% en peso y aproximadamente 25% en peso, o entre aproximadamente 15% en peso y aproximadamente 25% en peso, o entre aproximadamente 15% en peso y aproximadamente 20% en peso, o aproximadamente 18% en peso. El tratamiento de la pulpa en disolución en hidróxido de sodio acuoso puede realizarse a una temperatura entre aproximadamente 50 °C y aproximadamente 60 °C, o entre aproximadamente 53 °C y aproximadamente 55 °C. Las condiciones de presión del tratamiento alcalino no están particularmente limitadas y pueden realizarse a presión atmosférica. La pulpa en disolución puede ser una como se divulga en este documento. En realizaciones, la pulpa en disolución puede comprender *Acacia crassicaarpa*. En realizaciones, se puede proporcionar una pulpa de *Acacia crassicaarpa* en disolución caracterizada por un contenido lipofílico de menos del 0.25% en peso.

En 204, la pulpa alcalina puede macerarse, prensarse y triturarse. La etapa 202 puede realizarse antes o al mismo tiempo que la etapa 204. Los grupos alcoholato de las moléculas de celulosa en la pulpa reaccionan con la solución acuosa de hidróxido de sodio de acuerdo con el Esquema de Reacción 1 a continuación al macerar la pulpa en la solución acuosa de hidróxido de sodio para producir celulosa alcalina



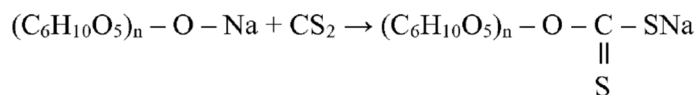
Después de esto, al presionar la suspensión de celulosa alcalina se elimina el exceso de hidróxido de sodio. La trituración de la suspensión seca produce fragmentos de celulosa alcalina.

En 206, los fragmentos de celulosa alcalina pueden sufrir un proceso de envejecimiento en el que los fragmentos están expuestos al oxígeno. El proceso de envejecimiento puede realizarse durante un período de aproximadamente

4 hasta aproximadamente 6 horas, o aproximadamente 5 horas. La exposición al oxígeno puede reducir el grado de polimerización de la celulosa a entre aproximadamente 400 y aproximadamente 500.

En 208, la celulosa envejecida puede tratarse con una solución de disulfuro de carbono (CS₂) para formar xantato de celulosa de acuerdo con el Esquema de Reacción 2 a continuación. La etapa 208 se conoce como Xantación.

5 [Esquema de Reacción 1]



10 Se puede agregar CS₂ a la celulosa envejecida en una cantidad de aproximadamente 30% en peso hasta aproximadamente 40% en peso con base en el peso seco de celulosa, por ejemplo celulosa secada al horno. Por ejemplo, se pueden agregar 1000 kg de CS₂ a 3 toneladas de celulosa sobre una base seca al horno. Alternativamente, la celulosa envejecida puede bombearse a un recipiente de CS₂.

En 210, el xantato de celulosa se puede disolver en una solución acuosa débil de hidróxido de sodio para producir un líquido de color tipo jarabe de color naranja con una consistencia similar a la miel. La concentración del hidróxido de sodio usado puede estar entre aproximadamente 10 g/L hasta aproximadamente 20 g/L, o aproximadamente 15 g/L hasta aproximadamente 17 g/L. El líquido tipo jarabe de color naranja es una solución de viscosa.

15 En consecuencia, la etapa de tratamiento base puede comprender tratar la pulpa en disolución con hidróxido de sodio acuoso; envejecer la pulpa en disolución tratada; y reacción de la pulpa en disolución envejecida con disulfuro de carbono para formar el xantato de celulosa.

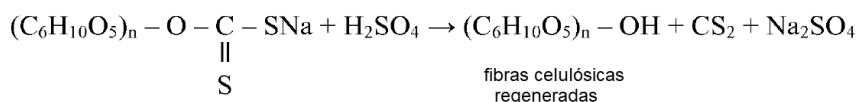
20 Las diferentes concentraciones de soluciones de hidróxido de sodio se pueden preparar y almacenar en una estación de lejía de sosa. Las tuberías asociadas pueden conectar de manera fluida la estación de lejía de sosa con los recipientes que contienen la reacción.

25 En 212, la solución de viscosa puede madurar durante un período de tiempo en presencia de oxígeno. La exposición al oxígeno durante la maduración reduce la viscosidad y el grado de polimerización de celulosa de la solución. La viscosidad de la solución puede reducirse hasta aproximadamente 45-55 Pa·segundos. El grado de polimerización puede reducirse a entre aproximadamente 400 y aproximadamente 500. Después de la maduración, la solución puede filtrarse para eliminar impurezas, tales como geles y fibras no disueltas. El filtrado (o dopaje por viscosa) comprende predominantemente celulosa e hidróxido de sodio. El residuo puede ser desechado o reciclado. El filtrado se puede desairear para eliminar los gases dispersos. Las impurezas y los gases dispersos contribuyen a la hilatura problemática y a un producto final de baja calidad y, por lo tanto, se eliminan ventajosamente. La etapa 212 se completa cuando se alcanza la calidad y madurez requeridas. La madurez alcanzada puede estar en el rango de Hottenroth de 15-20 grados, es decir, 15-20 ml de solución de cloruro de amonio al 10% necesaria para coagular la viscosa. El tiempo que toma desde la disolución del xantato de celulosa en hidróxido de sodio hasta el inicio del proceso de hilatura puede ser de aproximadamente 8 a 10 horas.

30 En 214, el filtrado puede someterse a un proceso de hilatura en húmedo en una solución de ácido sulfúrico. La concentración de la solución de ácido sulfúrico en la solución de baño de hilado puede ser de aproximadamente 108 hasta aproximadamente 112 g/L, o aproximadamente 110 g/L. El proceso de hilatura en húmedo puede comprender bombear el filtrado de viscosa a hiladores y extrudir la viscosa en el líquido de baño de hilatura de ácido sulfúrico desde la estación de baño de hilado para precipitar y regenerar la celulosa para formar fibras. El proceso de hilatura en húmedo puede realizarse a una temperatura de aproximadamente 45 °C hasta aproximadamente 50 °C.

I [0093] La reacción en el proceso de hilatura en húmedo es de acuerdo con el Esquema de Reacción 3 a continuación.

[Esquema de Reacción 3]



40 El CS₂ es expelido como un gas y se forma sulfato de sodio (Na₂SO₄) como el principal producto secundario.

45 El líquido del baño de hilado usado puede pasarse/reciclarse nuevamente a la estación de baño de hilado para ser filtrado, desaireado para eliminar CS₂ y H₂S disueltos, y calentado a temperatura de proceso. Para mantener la composición del baño de hilado, se puede evaporar el agua traída de la solución de viscosa. El producto secundario de sulfato de sodio formado por la reacción de hilatura de acuerdo con el Esquema de Reacción 3 anterior y el ácido

sulfúrico en el baño de hilatura pueden eliminarse por cristalización. Se puede agregar ácido sulfúrico fresco a la composición de baño de hilatura.

- 5 El disulfuro de carbono (CS₂) evolucionó durante la formación de la fibra y después de los procesos de tratamiento puede recolectarse, condensarse y reutilizarse. Los gases residuales con trazas de CS₂ y H₂S se pueden bien sea oxidar para dar azufre elemental (S), dióxido de azufre (SO₂) o ácido sulfúrico (H₂SO₄), o se tratan adicionalmente en plantas de adsorción.

Por consiguiente, la etapa de neutralización puede comprender someter el xantato de celulosa a un proceso de hilado en húmedo en un baño de ácido sulfúrico para producir de ese modo las fibras de celulosa regeneradas.

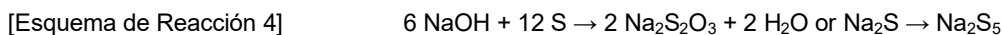
- 10 En 216, las fibras de viscosa celulósica regeneradas pueden estirarse. En 218, las fibras estiradas pueden cortarse en las longitudes deseadas. Las fibras cortadas expulsadas por gravedad del cortador se distribuyen mecánicamente en todo el ancho de un canal y formarán un vellón que "nada" en el agua caliente del canal. Se inyecta vapor en el agua caliente para expulsar todo el CS₂ y H₂S restantes de las fibras. El gas expelido forma burbujas que hacen que el vellón de fibra "nade" en el agua caliente. Debido al suministro continuo del cortador, el vellón de fibra se empuja gradualmente hacia adelante hasta que llega a una máquina de postratamiento.

- 15 En 220, las fibras cortadas se pueden alimentar a la máquina de postratamiento, donde se pueden someter a lavado, desulfuración, blanqueo y/o ablandamiento.

El tratamiento posterior típicamente se puede dividir en las siguientes secciones de lavado y tratamiento:

- a) Lavado libre de ácido (aproximadamente 70 °C)
b) Primer lavado para asegurar que se eliminan todos los rastros de ácido (aproximadamente 70 °C).
20 c) Desulfuración con solución caliente de NaOH - Na₂S (2-3 g/L, aprox. 65 °C).

Aquí se eliminan los rastros de azufre elemental y otros compuestos de azufre. El azufre disperso final en la fibra reacciona con el NaOH en la solución de acuerdo con la siguiente ecuación:



- 25 Los polisulfuros formados son solubles en agua y, por lo tanto, pueden lavarse. Se debe tener cuidado de que la temperatura del agua de lavado sea superior a 45 °C.

- d) Segundo lavado para la eliminación del baño de desulfuración (aprox. 60 °C).
e) Blanqueo con una solución de hipoclorito de sodio, 1-2 g/L de cloro activo, a pH 9-10 y temperatura de 20-25 °C.

- 30 La acción del NaOCl (hipoclorito de sodio) se debe al hecho de que el NaOCl se hidroliza en ácido hipocloroso que actúa bajo la división del oxígeno como un agente oxidante muy fuerte. El grado de hidrólisis depende del pH y la temperatura. La aceleración se logra con un pH más bajo y una temperatura más alta. Sin embargo, se debe tener cuidado con el blanqueo radical para no dañar las fibras. Por lo tanto, las condiciones en el baño deben mantenerse constantes.

- 35 Si se requiere fibra de viscosa de grado de higiene o de grado alimenticio, entonces típicamente se requiere blanqueo libre de cloro. Para este propósito, se usa típicamente peróxido de hidrógeno. La acción blanqueadora también se basa en una reacción oxidativa.

- f) Tercer lavado (aproximadamente 30 °C)
g) Lavado final (aproximadamente 60 °C)
h) Ablandamiento (aproximadamente 50 °C)

- 40 Aquí, el agente suavizante, que proporciona a la fibra las características necesarias para las operaciones textiles subsecuentes, se introduce sobre la fibra. El tipo de suavizante debe elegirse en vista de las operaciones textiles subsecuentes.

Entre todas las secciones de lavado y tratamiento, se pueden usar rodillos de presión para eliminar el exceso de líquido. El peso de estos rodillos y, por lo tanto, la relación de prensado se puede ajustar llenándolos con más o menos agua según sea necesario.

- 45 Antes o después de la sección de ablandamiento, se pueden usar rodillos de presión para eliminar el agua adherente tanto como sea posible. Los rodillos de presión son ajustables con presión neumática según sea necesario.

Es importante considerar, en orden:

no diluir el baño suavizante

traer la menor humedad posible en la fibra al secador (ahorro de vapor).

En 222, las fibras de viscosa tratadas pueden secarse, prensarse y embalsarse en fardos.

- 5 Por consiguiente, en realizaciones, se proporcionan fibras de celulosa regeneradas que comprenden material celulósico de *Acacia crassiparva*. El material celulósico de *Acacia crassiparva* puede caracterizarse por un contenido lipofílico de entre 0 y 0.20% en peso. En realizaciones, se proporciona un textil que comprende fibra de celulosa regenerada como se divulga en este documento.

- 10 Sería evidente que diversas otras modificaciones y adaptaciones de la invención serán evidentes para el experto en la técnica después de leer la divulgación anterior sin apartarse del espíritu y el alcance de la invención y se pretende que todas esas modificaciones y adaptaciones entren dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

Ejemplos

Los ejemplos no limitantes de la invención y los ejemplos comparativos se describirán adicionalmente con mayor detalle haciendo referencia a Ejemplos específicos, que no deben interpretarse de ninguna manera como limitantes del alcance de la invención.

- 15 Ejemplo 1

Se realizó un estudio de laboratorio para investigar el uso de *Acacia crassiparva* para producir pulpa en disolución *Kraft* previa a la hidrólisis. Se establecieron las cifras de consumo, así como los datos de calidad de pulpa resultantes para producir pulpa en disolución comercial. La pulpa en disolución producida a partir de *Eucalyptus* se utilizó como estándar.

- 20 Las condiciones detalladas de cocción de laboratorio y los resultados se pueden ver en la Tabla 2 a continuación.

[Tabla 2]

Parámetros	Acacia Crassiparva		Eucalyptus
Factor P		590	434
Temperatura de prehidrólisis	°C	175	175
Tiempo de prehidrólisis total	min	67	62
Factor H		545	401
Temperatura de cocción	°C	160	160
Tiempo de cocción total	min	81	64
Consumo de álcali total	kg/BDt	236	237
Rendimiento	% en madera	39.1	39.2
Rechazo (total)	% en pulpa	0.05	0.05
Número Kappa		8.1	9.4
Viscosidad	ml/g	912	1000
Brillo ISO	%	41.6	43.6
Celulosa	% de carbohidratos	96.8	96.9
Hemicelulosa	% de carbohidratos	3.2	3.1

Parámetros	Acacia Crassicarpa		Eucalyptus
Pentosanos	mg/100mg	2.6	2.6
Extractos en acetona	%	0.2	<0.1
R18	%	97.3	98.1
R10	%	96.4	97.1
Metales			
Ca	mg/kg	130	110
Fe	mg/kg	10	7
Mn	mg/kg	<2	2
Mg	mg/kg	25	4
Características de la fibra			
Longitud de la fibra L(l)	mm	0.7	0.6
Ancho de fibra	micro-m	15	115.2
Tosquedad	mg/m	0.05	0.06
Espesor de la pared celular	micro-m	2.5	4.7
Finos (n)	%	12.2	8.4
Rizo	%	21.4	17.5

- 5 El factor de prehidrólisis (factor P) predice los ajustes necesarios en el tiempo de cocción y/o temperatura para dar el mismo grado de producción de pulpa y producir pulpa con características determinadas. El tiempo previo a la hidrólisis para Acacia crassicarpa es un poco más largo (5 minutos) que para el Eucalyptus porque se requiere un factor P más alto para lograr el objetivo de pentosano. Sin embargo, el tiempo total del ciclo de cocción está dentro de las normas comerciales típicas de pulpa en disolución.

Se logró pulpa de buena calidad con un rendimiento relativamente alto de más del 39% con base en el material de madera de Acacia crassicarpa en bruto. Para pulpa sin blanquear, Acacia crassicarpa tuvo un valor R18 de 97.3% y un contenido de pentosano de 2.6%.

- 10 Este resultado es comparable con las pulpas solventes comerciales de Eucalyptus.

Después del proceso de cocción, la pulpa en disolución se sometió a una deslignificación de oxígeno que fue seguida por blanqueo usando la secuencia OD(EOP)DP. El análisis de las pulpas blanqueadas se muestra en la Tabla 3 a continuación.

[Tabla 3]

Parámetros	Acacia Crassicarpa		Eucalyptus
Número Kappa		0.3	0.4

Parámetros	Acacia Crassicarpa		Eucalyptus
Viscosidad	ml/g	488	492
Brillo ISO	%	91.8	92.2
R10	%	95.1	96
R18	%	97.1	98.2
Pentosanos	mg/100mg	2.5	2.7
Alfa celulosa	%	96.5	97.1
Contenido de ceniza	%	0.19	0.2
Extractos en acetona	%	<0.1	<0.1

Los estudios de laboratorio anteriores han demostrado que es posible cumplir con todos los parámetros importantes requeridos para la pulpa en disolución comercial con cocción controlada y blanqueo de Acacia crassicarpa, como se muestra en la Tabla 3.

5 Ejemplo 2

Se realizó un estudio de laboratorio para determinar la adecuabilidad de las pulpas de disolución *Kraft* preparadas en laboratorio de Acacia crassicarpa y Eucalyptus para la preparación de una solución de hilado de viscosa de grado comercial. Los resultados se compararon con los obtenidos usando una pulpa en disolución de Eucalyptus disponible comercialmente (pulpa de referencia).

10 Las fibras de viscosa se prepararon de acuerdo con el diagrama de flujo ilustrado en la figura 2.

El comportamiento de prensado de las pulpas de celulosa alcalina preparadas de la etapa 204 preparadas a partir de Acacia crassicarpa de grado de disolución correspondía al típico de las pulpas de madera dura de grado de disolución.

15 Las muestras de celulosa alcalina se pre-envejecieron en la etapa 206. Aunque los valores iniciales del Grado de polimerización y viscosidad (DP/viscosidad) de pulpas en disolución *Kraft* pre-hidrólisis de Acacia crassicarpa y Eucalyptus fueron similares, hubo diferencias en la respuesta pre-envejecimiento de las pulpas. La Fig. 3 muestra que la pulpa en disolución *Kraft* previa a la hidrólisis de Eucalyptus es menos viscosa y que el DP se reduce a un ritmo más rápido que la pulpa en disolución *Kraft* previa a la hidrólisis de Acacia crassicarpa durante la etapa de envejecimiento de celulosa alcalina. Sin embargo, el índice de filtración ajustado por DP y el comportamiento de filtrabilidad de las muestras estaban dentro de las normas esperadas de solución de viscosa de grado comercial (véase Tabla 4 a continuación).

Tras la filtración en la etapa 212, el análisis con microscopio (no mostrado) no indicó presencia de fibras no disueltas o geles mal disueltos dentro de las soluciones de viscosa preparadas a partir de las tres muestras de pulpa.

Al madurar en la etapa 212, se puede ver en la Fig. 4 que la solución de viscosa preparada a partir de Acacia crassicarpa tenía un tamaño medio de partícula más alto y una distribución más amplia que las otras pulpas probadas.

25 Hubo poca diferencia en el comportamiento posterior a la maduración de las soluciones de viscosa. Sin embargo, como se muestra en la Fig. 5, se observó una tasa ligeramente más rápida al principio con la solución de Acacia crassicarpa.

30 Los resultados de la investigación de laboratorio en este ejemplo muestran que la solución de viscosa preparada a partir de pulpa en disolución *Kraft* pre-hidrólisis de Acacia crassicarpa cumple los requisitos comunes adecuados para uso en la producción comercial de fibra de viscosa.

[Tabla 4]

Código de muestra	Prep. V84/14,C 5-	V84/14,A1- prDP	Referencia	Reglas generales	Métodos/ Comentarios
-------------------	-------------------------	--------------------	------------	---------------------	----------------------

ES 2 759 486 T3

Origen	<i>Eucalyptus</i>	<i>Acacia</i>	<i>Eucalyptus</i>		
Materia de pulpa en bruto					(*) Análisis realizados por el laboratorio Valmet
Viscosidad (ml/g)	492(*)	488(*)	430		
R10/R18(%)	96.0/98.2(*)	95.0/97.1(*)	-		
Brillo ISO (%)	92.2(*)	91.8(*)	-		
Alfacelulosa en pulpa (%)	97.1(*)	96.5(*)	-		
Merцерización, prensado, trituración, pre-envejecimiento					
Cantidad de pulpa de AD usada para mercerización (g)	200	200	200	200	
Concentración alcalina de lejía de mercerización (g/l)	205.5	205.5	2055	205	
Temperatura de lejía de mercerización (°C)	ok	ok	ok	3560.5°C	
Contenido de alfa celulosa en celulosa alcalina prensada (%)	33.6	32.5	33.1	32-34%	
Contenido total de álcali en celulosa alcalina prensada (%)	15.0	15.1	15.2	15-16%	
Factor de prensado	2.8	2.8	2.7		
Densidad aparente de celulosa alcalina después de la trituración (g/l)	214	221	220		
Catalizador de cobalto añadido	ok	ok	ok	0.9 ppm por pulpa de AD	
Activador / agente humectante agregado para la mercerización	ok	ok	ok	0.1% por pulpa de AD	
Temperatura de pre-envejecimiento (°C)	ok	ok	ok	2760.5°C	
Tiempo de pre-envejecimiento (h)	20h	20h	18.5h		
Xantogenación					
Cantidad de alfa celulosa utilizada para la xantogenación (g)	125	125	125	125	
Adición de disulfuro de carbono por alfa celulosa (%)	32%	32%	32%	32%	
Temperatura de xantogenación (°C)	ok	ok	ok	3060.5°C	

ES 2 759 486 T3

Tiempo de reacción de Xantogenación (min.)	60min.	60min.	60min.	60min.	
xantogenato					
Tiempo de disolución (min.)	120min.	120min.	120min.	120min.	
Temperatura de disolución (°C)	ok	ok	ok	1860.5°C	
Modificador de aditivo viscosa agregado	ok	ok	ok	0.2% por alfa	
Dopaje por viscosa					(**) Los análisis se llevaron a cabo a partir de viscosa sin filtrar inmediatamente después del período de disolución.
Viscosidad de caída de bola (Pas)	16.3(**)	21.8(**)	8.8(**)	-	Los valores de viscosidad se recalculan para corresponder a la siguiente composición de viscosa: cont. Celulosa cont. 9.0%, NaOH 55%
Viscosidad de caída de bola, recalculada (Pas)	13.0	18.4	6.5	-	
Contenido de celulosa	9.5(**)	9.4(**)	9.6(**)	9-10%	
Contenido de hidróxido de sodio	5.9(**)	5.9(**)	5.8(**)	5.5-6.0%	
Maduración de Hottenroth después del período de disolución (°Ho)	11.7(**)	12.4(**)	9.4(**)	-	
Valor k_w	204(**)	247(**)	129(**)	-	
Valor k_R (Índice de filtrabilidad ajustado por DP)	106	115	86		$K_R = F3K_w / \eta^{0.4}$ donde η es el tiempo de caída de bola en segundos y F es el área de superficie del filtro de 4.0 cm ²

REIVINDICACIONES

1. Una pulpa en disolución que comprende material celulósico, en donde el material celulósico consiste en material celulósico de *Acacia crassicaarpa*.
- 5 2. La pulpa en disolución de la reivindicación 1, caracterizada porque tiene un contenido lipofílico, en el que el contenido lipofílico es inferior al 0.25% en peso, o entre el 0 a 0.20% en peso, y/o caracterizado por un contenido de alfa-celulosa de al menos entre 90 hasta 99% en peso.
3. La pulpa en disolución de una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en la que la cantidad de pentosano está entre 2.0% en peso y 3.0% en peso.
- 10 4. Un método para preparar pulpa en disolución, que comprende: (a) hidrolizar una composición que comprende material celulósico o lignocelulósico que consiste en *Acacia crassicaarpa* para formar de ese modo una composición celulósica o lignocelulósica tratada; (b) calentar la composición tratada para producir dicha pulpa en disolución.
5. El método de la reivindicación 4, en el que dicha etapa de hidrolización comprende una etapa de tratamiento de dicho material celulósico o lignocelulósico que consiste en *Acacia crassicaarpa* con vapor, opcionalmente en el que dicha etapa de hidrolización se lleva a cabo hasta que el pH de un hidrolizado sea menor o igual a 3.
- 15 6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 4-5, en el que dicha etapa de calentamiento comprende calentar dicha composición tratada en presencia de una solución alcalina, opcionalmente en el que dicha solución alcalina comprende una mezcla de NaOH y Na₂S.
7. Un método para producir fibras de celulosa regeneradas, comprendiendo el método: (a) tratamiento base de una pulpa en disolución que consiste en *Acacia crassicaarpa* para producir xantato de celulosa; (b) neutralizar dicho xantato de celulosa para producir dichas fibras de celulosa regeneradas, en el que el método opcionalmente comprende además proporcionar una pulpa en disolución que consiste en *Acacia crassicaarpa* caracterizada por un contenido lipofílico de menos del 0.25% en peso.
- 20 8. El método de la reivindicación 7, en el que dicho tratamiento base comprende tratar la pulpa en disolución con hidróxido de sodio acuoso; envejecer la pulpa en disolución tratada; y hacer reaccionar la pulpa en disolución envejecida con disulfuro de carbono para formar dicho xantato de celulosa.
- 25 9. El método de la reivindicación 7 u 8, en el que dicha etapa de neutralización comprende someter el xantato de celulosa a un proceso de hilatura en húmedo en un baño de ácido sulfúrico para producir de ese modo dichas fibras de celulosa regeneradas.
- 30 10. Fibra de celulosa regenerada que comprende material celulósico, el material celulósico consiste en *Acacia crassicaarpa* y se caracteriza por tener un contenido lipofílico, en el que el contenido lipofílico está entre 0 y 0.20% en peso.
11. Un textil que comprende fibra de celulosa regenerada de la reivindicación 10.

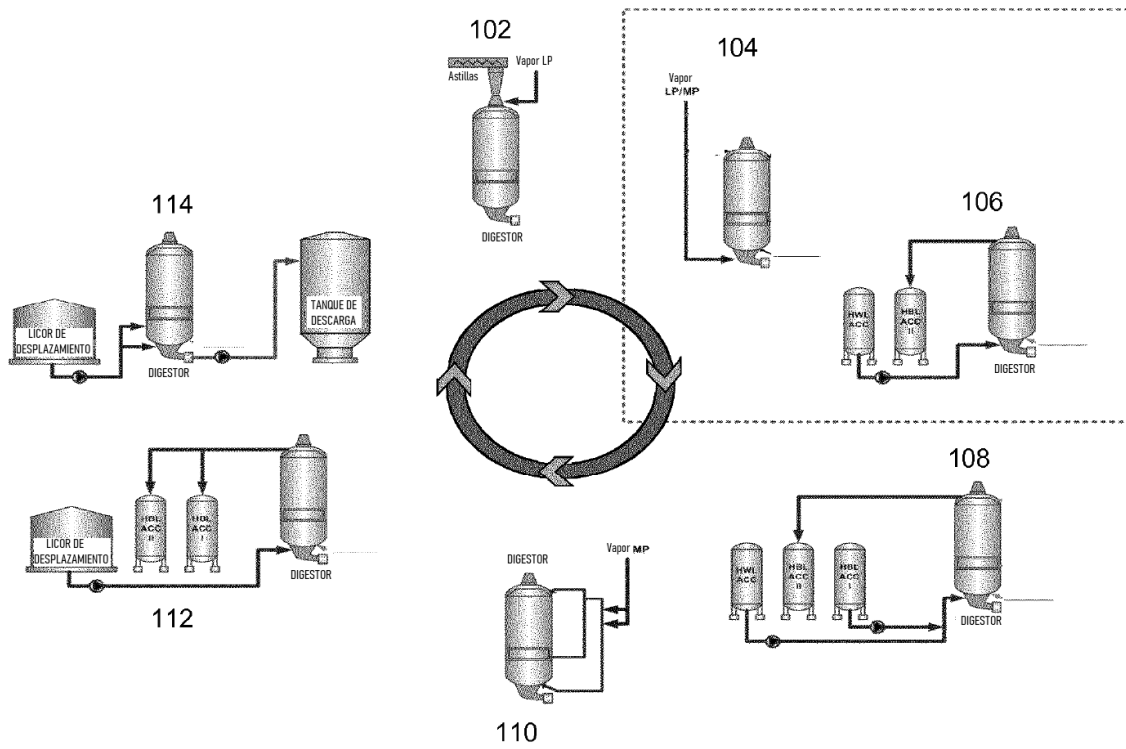


Fig. 1

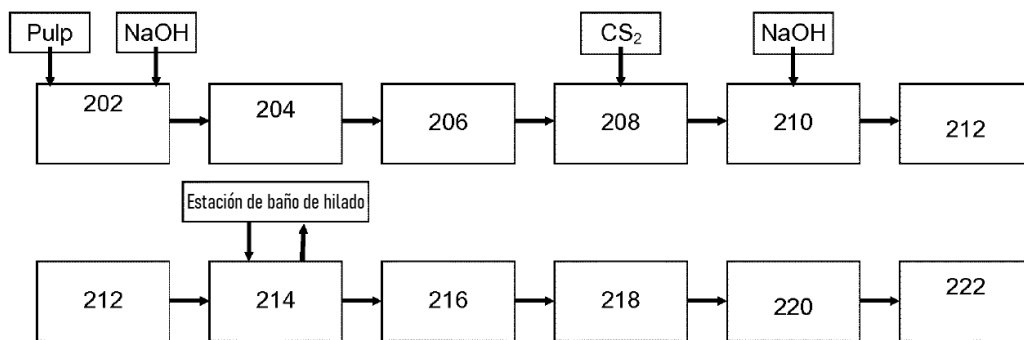


Fig. 2

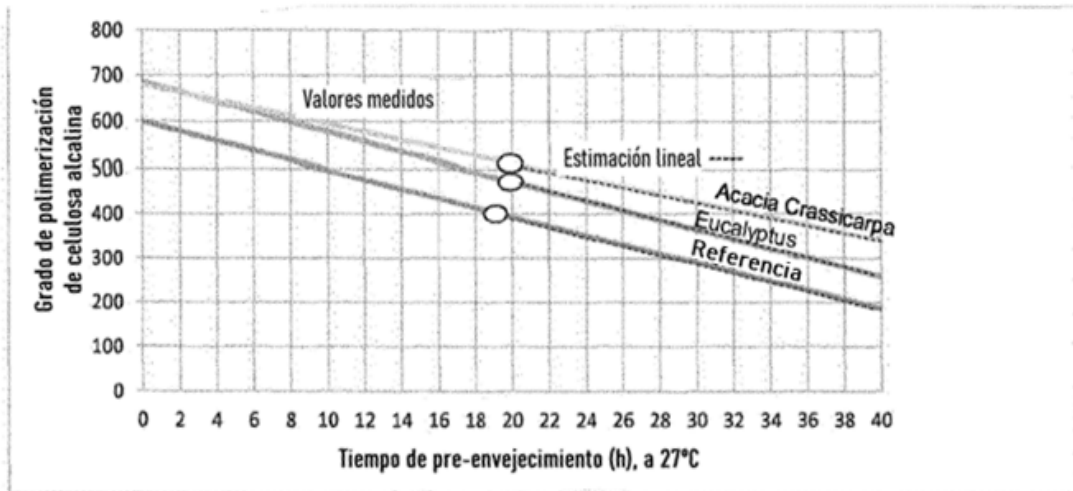


Fig. 3

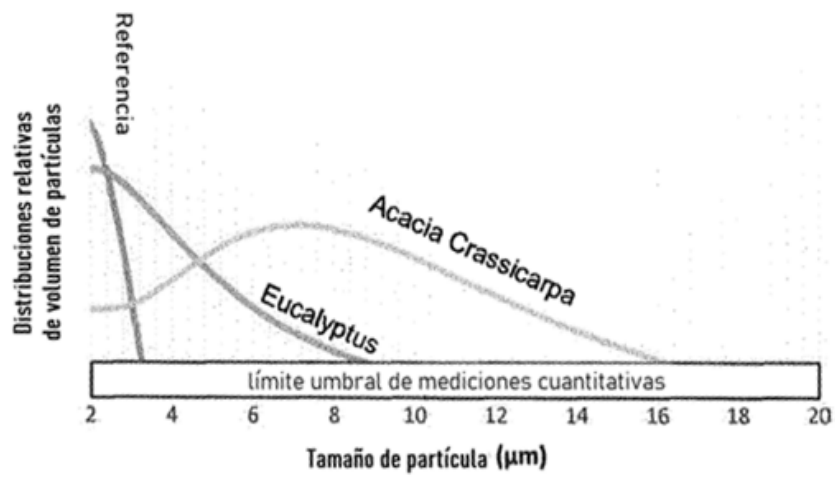


Fig. 4

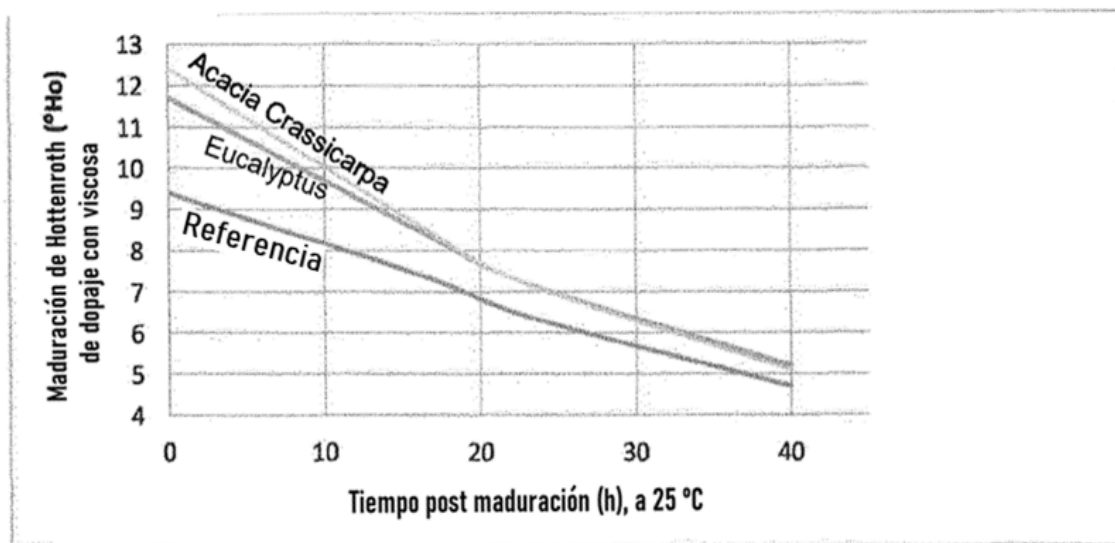


Fig. 5