

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 013 584**

51 Int. Cl.:

**D21C 5/02** (2006.01)

**D21C 9/10** (2006.01)

**D21H 11/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.12.2021 PCT/IB2021/062425**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.07.2022 WO22149044**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.12.2021 E 21840694 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.01.2025 EP 4274930**

54 Título: **Tratamiento con oxígeno de fibras de alto Kappa**

30 Prioridad:

**06.01.2021 US 202163134222 P**

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

**14.04.2025**

73 Titular/es:

**GPCP IP HOLDINGS LLC (100.00%)  
133 Peachtree Street, N.E.  
Atlanta, Georgia 30303, US**

72 Inventor/es:

**HOLTMAN, KEVIN M.;  
LEE, JEFFREY A.;  
SUMNIGHT, DANIEL W. y  
MILLER, DANIEL E.**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 3 013 584 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

Tratamiento con oxígeno de fibras de alto Kappa

**Referencia cruzada a solicitudes relacionadas**

5 Esta solicitud se basa en la Solicitud No Provisional de Estados Unidos Núm. 17/548.503, presentada el 11 de diciembre de 2021, que reivindica la prioridad y el beneficio de la Solicitud Provisional de Patente de Estados Unidos Núm. 63/134.222 presentada el 6 de enero de 2021.

**Campo técnico**

10 La presente invención se refiere al blanqueo de pastas celulósicas, especialmente al blanqueo de pasta reciclada de papel de desecho para la fabricación de hojas absorbentes tales como productos de tisú o toallas. El método de blanqueo incluye una etapa de pretratamiento con oxígeno suave en pasta de papel con alto contenido de Kappa derivada de papel mixto, preferiblemente mezclando la fibra pretratada con una mezcla de fibras recicladas con menor contenido de lignina, seguido de blanqueo oxidativo y/o reductor. El procedimiento se implementa ventajosamente con protocolos de blanqueo de múltiples fases.

**Antecedentes**

15 La deslignificación y blanqueo de pasta celulósica para producir materias primas de alto brillo para la fabricación de papel son conocida en la técnica. La Patente de Estados Unidos Núm. 5.011.572 de *Parthasarathy et al.*, describe un procedimiento para una deslignificación con oxígeno en dos fases (es decir, con oxígeno molecular) de pasta química en el que se incorpora peróxido de hidrógeno de 0,01% al 1% en la primera y, opcionalmente la segunda fases. La invención es particularmente adecuada cuando la pasta se blanquea posteriormente con al menos una fase de dióxido de cloro y al menos una fase de peróxido de hidrógeno. La Patente de Estados Unidos Núm. 5.211.809 de *Naddeo et al.*, se refiere a la separación de color con oxígeno de fibras secundarias. El color de los colorantes se elimina de las pastas secundarias con agentes blanqueadores no basados en cloro en el tratamiento de secuencias utilizando oxígeno con combinaciones de peróxido, ozono y/o hidrosulfito en condiciones de pH controlado (menos de 8 o más de 10). Según la divulgación, el tratamiento con ácido antes de las etapas de blanqueo mejora la eliminación de color y protege las fibras del daño en condiciones de blanqueo más severas.

20 La Patente de Estados Unidos Núm. 5.486.268 de *Nguyen* se refiere a la deslignificación de pasta obtenida a partir de envases de cartón corrugado viejos (OCC en sus siglas en inglés) que tienen índices Kappa del orden de 70 u 80 antes del tratamiento. Los OCC se reciclan empleando deslignificación con oxígeno en presencia de un material alcalino para producir una pasta reciclada de índice kappa inferior, manteniendo al mismo tiempo una resistencia adecuada en la pasta. El procedimiento de reciclado emplea preferiblemente un pretratamiento ácido combinado con la deslignificación con oxígeno, y la exposición del producto de desecho al material alcalino se controla preferiblemente de modo que en cualquier punto en la deslignificación el producto residual se expone a no más de 50%, en peso seco, del material alcalino basándose en el peso de lignina residual en el producto de papel de desecho. La pasta tratada tiene índices Kappa de 15 a 35 según la referencia.

35 La Patente de Estados Unidos Núm. 5.958.179 de *Gehr et al.* divulga un procedimiento para aumentar el brillo de la pasta derivada de papel de desecho impreso. El procedimiento puede incluir el uso de pasta de fibra de papel, obtenida en parte de papel de desecho impreso, en una suspensión con agua. La suspensión se puede mezclar con adyuvantes de blanqueo y productos químicos de blanqueo, incluyendo oxígeno molecular. El pretratamiento incluye tratar mecánicamente intensamente la pasta, p. ej., al menos 20 kWh/tonelada, antes de blanquear la suspensión de pasta con o sin productos químicos de blanqueo. Véase Col. 7, líneas 3-32.

40 La Patente de Estados Unidos Núm. 5.997.689 de *Bokstrom* se refiere a un método de blanqueo de fibras secundarias. Primero se empapa una pasta de fibras secundarias y a continuación se transfiere a un dispersador a una consistencia de 20-40%. En el dispersador, la pasta de fibras secundarias se trata y se mezcla mecánicamente de modo que las partículas de tinta en la pasta de fibras secundarias se dispersan por toda la pasta de fibras secundarias. Mientras la pasta de fibras secundarias está siendo tratada y mezclada en el dispersador, se suministra oxígeno al dispersador para distribuir el oxígeno dentro de la pasta de fibras secundarias que se suministra después a una torre de blanqueo.

45 La Patente de Estados Unidos Núm. 6.059.927 de *Wan et al.*, describe un método para reducir la reversión del brillo y el amarilleamiento (b\*) de pastas de madera mecánicas blanqueadas. La pasta se digiere en una solución acuosa de formaldehído que contiene carbonato, preferiblemente en una cantidad de hasta 30% en peso de pasta. El papel elaborado a partir de la pasta digerida se puede mejorar adicionalmente mediante tratamiento con un inhibidor de reversión tal como un bistiol de polietilenglicol.

50 La Patente de Estados Unidos Núm. 6.632.328 de *Wan et al.*, se refiere a un método para blanquear pastas de madera blanda o madera dura sin blanquear utilizando peróxido de hidrógeno sin álcali añadido para la activación. La solución acuosa de peróxido de hidrógeno contiene un carbonato de metal alcalinotérreo, preferiblemente carbonato de magnesio y se puede utilizar a temperaturas elevadas. Se informa sobre pastas mecánicas blanqueadas de madera dura o madera blanda con alto brillo, bajo amarilleamiento (b\*) y propiedades de reversión reducidas.

La Patente de Estados Unidos Núm. 10.000.890 de *Nonni et al.*, se refiere a fibras con un anti-amarilleamiento mejorado. La col. 6, líneas 7-32, se refiere a la deslignificación con oxígeno de la pasta después de haber sido cocida hasta un índice Kappa de aproximadamente 17 a 21; el blanqueo se lleva a cabo después de que los índices Kappa alcanzan 8 o menos.

5 Existen varias limitaciones para la materia prima técnicamente viable para producir fibra secundaria completamente blanqueada. La limitación más significativa es la contaminación de fibras Kraft "de color marrón". No se considera típicamente que la fibra de color marrón kraft convertida químicamente en pasta sea blanqueable mediante secuencias tradicionales de blanqueo de fibras secundarias. La fibra de color marrón tiene un contenido significativo de lignina oscurificada alcalina que es resistente al peróxido de hidrógeno alcalino y a las etapas de blanqueo reductor comúnmente utilizadas en fábricas de destintado. Con el fin de producir fibra completamente blanqueada en un molino Kraft, esta provisión de partida de color marrón se somete convencionalmente a una fase de deslignificación con oxígeno seguida de múltiples etapas de blanqueo y extracción de lignina. Todo el procedimiento está diseñado para eliminar sustancialmente la lignina oscurificada dejando atrás la celulosa de alto brillo. Este procedimiento tiene un coste de capital muy elevado (miles de millones de dólares) y es extremadamente complicado.

15 El "papel mixto" (MP en sus siglas en inglés) se obtiene principalmente de recolección residencial de reciclables. El papel puede ser clasificado y no clasificado/bruto. Típicamente, la operación de clasificación eliminará tanto contaminantes que no son papel como calidades de papel seleccionadas que tienen un valor de mercado significativo. Actualmente se retira gran parte del contenedor corrugado antiguo (OCC). Aunque varía mucho, el papel mixto está compuesto por una mezcla de papel blanco de calidad para impresión, papel kraft marrón, calidades mecánicas de brillo más alto y papel de periódico. Tanto las calidades mecánicas como el papel de periódico contienen altas cantidades de lignina. Con un alto contenido de lignina (Índice Kappa 60-65) esta fuente de fibra no se considera típicamente un reemplazo adecuado para residuos de oficina clasificados.

25 Los residuos de oficina clasificados (SOW o SOP en sus siglas en inglés) están compuestos sustancialmente de papel blanco y, según se reciben, tienen un alto brillo (ISO 67) y un bajo contenido de lignina (índice Kappa 20 o menos). El papel mixto tiene alto índice Kappa y bajo brillo (ISO 38). Es habitual utilizar una fase de peróxido seguida de una fase de blanqueo reductor con hidrosulfito (diftionito) para aclarar el papel de oficina clasificado hasta un brillo suficiente para reutilizarlo en un producto de consumo. Este enfoque se vuelve inadecuado cuando se introducen cantidades sustanciales de color marrón en el suministro.

30 El papel mixto es abundante y de coste muy bajo, pero no se puede utilizar en cantidades sustanciales para producir fibras secundarias totalmente blanqueadas por medios convencionales debido a las limitaciones indicadas anteriormente.

### Compendio de la invención

35 Según la invención, se ha encontrado sorprendentemente que un tratamiento suave con oxígeno hace que las fibras de color marrón se puedan blanquear mediante peróxido de hidrógeno y otras tecnologías adecuadas de blanqueo de fibras secundarias. La etapa de oxígeno deslignifica la pasta hasta un grado modesto hasta un nivel que no se consideraba blanqueable mediante procedimientos conocidos. La cantidad limitada de eliminación de lignina indica una etapa de "activación" en lugar de una etapa de deslignificación convencional. La activación permite un abrillantamiento significativo en las etapas de blanqueo posteriores a pesar de la presencia de cantidades significativas de lignina oscurificada alcalina.

40 Por lo tanto, en un aspecto de la invención se proporciona un método para pretratar y blanquear pasta papelera a partir de fibra celulósica reciclada que comprende: (a) pretratar una mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno, teniendo dicha mezcla de fibras celulósicas recicladas un primer índice Kappa alto antes del pretratamiento y un índice Kappa reducido después del pretratamiento que es menor que dicho primer índice Kappa alto; y (b) blanquear la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas de la etapa (a).

45 Las diversas tecnologías de blanqueo para fibra reciclada que se pueden emplear en una operación de blanqueo de múltiples fases se resumen en la Figura 1, en donde el pretratamiento con oxígeno se denomina fase "O".

En el lado derecho de la Figura 1 se observa que se logra fácilmente una ganancia de Brillo ISO de 44+ con la presente invención, permitiendo el uso de niveles más altos de pasta reciclada MP para suministros de alto brillo.

50 También se descubrió que la fase de activación tiene un efecto de amarilleamiento significativo sobre SOW de Kappa inferior y preferiblemente no se utiliza para tratar esta fuente de fibra para producir materia prima blanqueada de alto brillo. El amarilleamiento de la fibra ya abrillantada provoca reversión/resistencia a un abrillantamiento adicional e impide conseguir el brillo diana. Este descubrimiento permite que la etapa de oxígeno sea mucho más dirigida en una instalación comercial porque sólo es necesario tratar la fibra mixta/marrón, mientras que la fibra de desecho de oficina clasificada Kappa inferior no necesita, de hecho no debe, tratarse previamente antes del blanqueo. Esto da como resultado ahorros tanto en capital como en gastos de operación.

Por lo tanto, se proporciona según otro aspecto de la invención un método para fabricar una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra de celulosa reciclada que comprende: (a) pretratar una primera mezcla de fibras celulósicas

recicladas con oxígeno, teniendo dicha primera mezcla de fibras celulósicas recicladas un primer índice Kappa alto antes del pretratamiento y un índice Kappa reducido después del pretratamiento que es menor que dicho primer índice Kappa alto; y (b) combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con una segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas; y (c) blanquear oxidativamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinada de la etapa (b); y opcionalmente (d) blanquear reductivamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas de la etapa (c). Este aspecto de la invención se aprecia mejor con referencia a las Figuras 2A y 2B.

En la Figura 2A y en la Figura 2B se muestran sistemas blanqueadores de múltiples fases que se pueden emplear según la presente invención. En la Figura 2A, el sistema 10A incluye una fase 12 de pretratamiento con oxígeno, una fase 14 de blanqueo oxidativo que puede ser una fase de EOP, una fase de P o una fase de blanqueo de duración prolongada; una fase 16 de blanqueo con peróxido (P) y una fase 18 de blanqueo reductor. Entre cada una de las fases puede haber una etapa de lavado 20, 22, 24 como se indica.

En la Figura 2A, se alimenta una mezcla 50/50 de MP y SOP con un Brillo ISO de aproximadamente 45 a la etapa de pretratamiento con oxígeno 12, se procesa como se describe en el presente documento y se alimenta a la etapa de lavado 20. Desde la fase 20, la pasta tratada previamente se alimenta a la fase de blanqueo oxidativo 14 y se blanquea como se describe en el presente documento. Desde la fase 14, la pasta parcialmente blanqueada se alimenta a la etapa de lavado 22 y después a la fase de peróxido 16 donde la pasta se abrillanta adicionalmente. La pasta se alimenta desde la fase 16 a la etapa de lavado 24 y después a la fase de blanqueo reductor 18 como se muestra. En la fase 18, la pasta se somete a un decapado de color adicional y se recupera como pasta reciclada de limpieza brillante elevada (HBC) con un Brillo ISO de aproximadamente 78.

El sistema 10B de la Figura 2B se construye y maneja sustancialmente de la misma manera que en la Figura 2A, excepto que el MP se trata previamente en la fase 12 con oxígeno antes de combinarse con SOP, teniendo el MP un Brillo ISO inicial de aproximadamente 38. Después del pretratamiento con oxígeno, se combina a continuación SOP sin blanquear, como se indica en 25, antes de su procesamiento adicional en el sistema como se ha descrito anteriormente. Después del blanqueo reductor en la fase 18, la pasta terminada se recupera a 30 que tiene un Brillo ISO de aproximadamente 83, cinco (5) puntos mejor que el procesamiento en el sistema de la Figura 2A utilizando los mismos materiales.

La invención se pone en práctica por tanto ventajosamente utilizando un tratamiento único con oxígeno en una mezcla de fibras secundarias de alto Kappa seguido de:

- (a) Mezclado con una mezcla de fibras secundarias de menor Kappa y mayor brillo;
- (b) Blanqueo de la combinación de fibras secundarias mezcladas utilizando una secuencia de blanqueo de 2 o 3 fases oxidativas + reductoras; y
- (c) Producción de una pasta de papel limpia de alto brillo de brillo superior a 80 y más de 15 kappa.

En cualquier realización de la presente invención, se puede emplear una pluralidad de fases secuenciales de blanqueo oxidativo para aclarar las fibras recicladas.

La invención aborda muchas necesidades percibidas desde hace mucho tiempo en la industria y permite el uso de pasta reciclada de brillo relativamente bajo que está disponible cada vez más a un coste relativamente bajo.

Otras ventajas y características de la invención se deducen a partir de la descripción siguiente y de los dibujos adjuntos.

#### Breve descripción de los dibujos

La invención se describe en detalle a continuación con referencia a los dibujos, en donde números similares designan partes similares y en donde:

La Figura 1 es un histograma que ilustra el abrillantamiento de la pasta reciclada en procedimientos de múltiples fases;

La Figura 2A es un diagrama esquemático que ilustra el abrillantamiento de mezclas de pasta reciclada;

La Figura 2B es un diagrama esquemático que ilustra un método preferido de abrillantamiento de mezclas de pasta reciclada;

La Figura 3 es un histograma que muestra el blanqueo en varias fases de pasta secundaria, incluyendo el blanqueo Psv;

La Figura 4 es una representación gráfica del índice Kappa frente al % de sosa cáustica en pasta para el pretratamiento con oxígeno de pastas recicladas;

La Figura 5 es una representación gráfica del índice Kappa y rendimiento frente al % de sosa cáustica en la pasta para el tratamiento con oxígeno de pasta reciclada;

La Figura 6 es una representación gráfica del Brillo ISO frente al peróxido aplicado para el blanqueo con peroxi de una sola fase de pastas recicladas que han sido pretratadas con oxígeno;

5 La Figura 7 es una representación gráfica de los valores  $b^*$  y el Brillo ISO frente al contenido de MP para pastas recicladas blanqueadas;

La Figura 8 es una representación gráfica de las ganancias de Brillo para diversas pastas recicladas para blanqueo secuencial en múltiples fases de pastas recicladas;

10 La Figura 9 es una representación gráfica de  $b^*$  frente a la carga cáustica para diversas pastas y mezclas de pasta sometidas a una etapa de oxígeno;

La Figura 10 es una representación gráfica de la blancura  $L^*$  para diversas pastas y mezclas de pasta terminadas frente a la carga cáustica durante el pretratamiento con oxígeno; y

La Figura 11 es una representación gráfica del Brillo ISO para diversas pastas y mezclas de pasta terminadas frente a la carga cáustica durante el pretratamiento con oxígeno.

## 15 Descripción detallada

La invención se describe en detalle a continuación en conexión con las figuras con fines de ilustración solamente. La invención se define en las reivindicaciones adjuntas. A menos que se indique lo contrario, la terminología utilizada en el presente documento tiene su significado ordinario compatibles con las definiciones ilustrativas expuestas inmediatamente a continuación; g o G se refieren a gramos, TM significa tonelada métrica, porcentajes, ppm y terminología similar se refieren al porcentaje en peso, partes por millón en peso a menos que se indique lo contrario, etc.

20

Un agente alcalino significa un compuesto utilizado para ajustar el pH del licor de blanqueo a valores relativamente altos. Se prefieren hidróxidos tales como hidróxido de sodio cáustico.

La temperatura de blanqueo y terminología similar se refiere a la temperatura mantenida en una fase de blanqueo o un recipiente durante el tiempo de retención del blanqueo, y se puede denominar temperatura de retención.

25 "Brillo ISO" o simplemente brillo como se emplea en el presente documento se refiere al brillo medido de la pasta fabricada en hojas manuales según el Método de Prueba TAPPI T 525 om-17 o equivalente, con iluminación C. La reflectancia difusa se mide en el intervalo de longitud de onda de 400-520 nm con una longitud de onda efectiva de 457 nm utilizando un conjunto de filtros apropiado o un dispositivo equivalente para modificar la respuesta espectral y un aparato que presenta una iluminación difusa y una geometría de observación perpendicular. Las mediciones se realizan en términos de factores de reflectancia absolutos. La prueba de brillo se realiza en hojas manuales utilizando un aparato MacBeth Ci5. La ganancia de brillo se expresa como un porcentaje con relación al brillo de la pasta antes del blanqueo.

30

35 "Lavado químico", "lavado" o terminología similar se refieren a una etapa de lavado con agua para eliminar productos químicos y blanquear residuos de la pasta. Una etapa de lavado es usualmente aconsejable después de una etapa de blanqueo con peroxi, antes de una fase posterior, y usualmente se requiere entre las etapas de blanqueo con peroxi para optimizar los resultados. Cuando se implementa la sección de la presente invención, se proporciona un lavado entre las fases de pretratamiento y blanqueo a menos que se indique lo contrario.

40

"Que consiste esencialmente en" y terminología similar con respecto a las composiciones se refiere a los componentes enumerados y excluye otros ingredientes que cambiarían sustancialmente las características básicas y novedosas de la composición, artículo o procedimiento. A menos que se indique lo contrario o sea fácilmente evidente, una composición o artículo consiste esencialmente en los componentes citados o enumerados cuando la composición o artículo incluyen 90% o más en peso de los componentes citados o enumerados, opcionalmente en una base seca, es decir, sin agua. La terminología excluye así más de 10% de componentes no mencionados. En relación con los métodos de blanqueo o tratamiento con oxígeno de la pasta, la terminología que consiste esencialmente en las etapas enumeradas excluye el blanqueo adicional o los tratamientos oxidantes, pero no excluye las etapas de lavado interpuestas entre las etapas de blanqueo o tratamiento con oxígeno.

45

Consistencia, %C o terminología similar se refieren al porcentaje de sólidos de una suspensión de pasta calculado sobre una base seca. Una suspensión que tiene 80 por ciento de agua y 20 por ciento de pasta seca tiene una consistencia de 20 por ciento. A menos que se indique lo contrario, la pasta seca, la pasta secada y terminología similar significan pasta secada en horno, que puede tener hasta un pequeño porcentaje de agua.

50

Se determina un índice Kappa según el método TAPPI T236-0M-99 o equivalente. El índice kappa es el volumen (en milímetros) de solución de permanganato de potasio 0,1 N consumida por un gramo de pasta sin humedad. Los resultados se corrigen al 50% de consumo del permanganato añadido. Los índices kappa se utilizan comúnmente para determinar el contenido de lignina y se utilizan para determinar la capacidad de blanqueo de la pasta.

## ES 3 013 584 T3

El blanqueo "oxidativo" y terminología similar se refiere a operaciones de blanqueo o abrillantamiento oxidativo con agentes blanqueadores oxidativos tales como oxígeno, ozono, compuestos peroxi, cloro, dióxido de cloro, hipoclorito; por ejemplo, fases P, fases EOP, fases Paa, etc.

5 "Porcentaje sobre pasta" "OP" y terminología similar se refieren a la razón en peso de peróxido de hidrógeno/pasta secada X100% en una carga de una fase de blanqueo.

"Porcentaje consumido en la pasta" y terminología similar se refiere a la razón en peso de peróxido de hidrógeno consumido realmente en una fase de blanqueo/contenido de pasta secada en la carga de la fase de blanqueo X100%.

10 El porcentaje sobre pasta, OP, "Porcentaje consumido sobre pasta" se puede expresar asimismo para peróxido de hidrógeno y otros agentes blanqueadores de peroxi como kg-moles/tonelada métrica de pasta secada, advirtiéndose que 1% de OP o 1% de Porcentaje consumido sobre pasta corresponde a 0,295 kg-moles de agente blanqueador/tonelada métrica de pasta secada.

Una "fase" de blanqueo o deslignificación se refiere al blanqueo o tratamiento de otro modo de la pasta en un recipiente en un conjunto específico de condiciones. Las fases posteriores se pueden realizar en el mismo recipiente para procedimientos discontinuos o semicontinuos y en recipientes aguas abajo para procedimientos continuos.

15 "Compuesto peroxi" y terminología similar se refiere a compuestos que tienen un grupo peroxo. Típicamente se emplea peróxido de hidrógeno en el método de blanqueo de la invención; sin embargo, se pueden utilizar otros compuestos peroxi como agente blanqueador o para deslignificación si se desea. Otros compuestos blanqueadores de peroxi adecuados incluyen ácido peroxiacético, ácido peroxifórmico, peroximonosulfato de potasio, dimetildioxirano, ácido peroximonofosfórico, etc.

20 Un "agente blanqueador reductor" se refiere a un agente reductor utilizado para blanquear pasta. Los sistemas comerciales pueden emplear una mezcla de borohidruro de sodio y bisulfito de sodio que forman hidrosulfito de sodio *in situ* con la pasta o en una etapa de mezcla antes de la adición a una fase de blanqueo reductor. Alternativamente, se puede utilizar hidrosulfito de sodio tal cual, como está disponible. Estos agentes blanqueadores y equivalentes se denominan agentes blanqueadores de hidrosulfito. Otros agentes blanqueadores reductores que se pueden utilizar incluyen el ácido formamidinsulfínico (FAS) y el ácido hidroximetanosulfínico (HAS), así como ditionitos. Véase la Patente de Estados Unidos Núm. 4.871.423 de *Grimley et al.* Cuando se utiliza un agente blanqueador reductor en una fase de blanqueo, la fase se denomina fase de blanqueo reductor, fase Y o con terminología similar.

30 "Tiempo de retención" y terminología similar se refiere a la duración del blanqueo en un conjunto específico de condiciones en una fase de blanqueo. Las temperaturas, temperaturas de retención y similares se refieren a temperaturas mantenidas durante el tiempo de retención en un recipiente de blanqueo.

Las fases convencionales de blanqueo de la pasta se denominan comúnmente fases Y, fases EO, fases EOP, fases Paa o fases P.

Una fase "Y" se refiere a una fase de blanqueo reductor que utiliza un agente blanqueador reductor.

35 Una fase de "EO" se refiere a una fase de blanqueo alcalino basada en oxígeno llevada a cabo bajo una presión de oxígeno de 0,25 a 1 Mpa en la mayoría de los casos.

Una fase "EOP" se refiere a una fase EO con un agente blanqueador de peroxi presente.

Una fase "P" se refiere a una fase de blanqueo alcalino convencional, normalmente con peróxido de hidrógeno, denominada de peróxido. En la Tabla 1 aparecen parámetros de funcionamiento representativos para una fase P.

Tabla 1 - Parámetros de funcionamiento para el blanqueo de la fase P

Peróxido	NaOH	Temperatura	Retención
OP %	OP %	°F/°C	Minutos
1%	1%	185/85	60
3%	3%	185/85	60

40 Una fase P(A,B) se refiere al OP cáustico (A) y OP con peróxido de hidrógeno (B) durante el tratamiento. Así, una fase P(3,5) indica blanqueo con peróxido con 3% de OP cáustico y 5% de OP con peróxido a menos que se indique lo contrario. En algunos casos, se omiten los paréntesis.

45 Una fase Paa se refiere al tratamiento de la pasta con un peroxiácido o compuesto relacionado que es operativo para separar lignina y opcionalmente, para blanquear la pasta. Véase la Patente de Estados Unidos Núm. 6.007.678 de

*Linsten et al.*

Los procedimientos de la invención se integran típicamente en un protocolo de tratamiento de múltiples etapas con etapas secuenciales indicadas de izquierda a derecha en las diversas Figuras y/o las fases secuenciales se indican mediante/marcas. Por tanto, un régimen P/Y indica una fase P seguida de una fase Y, etc.

5 Cada uno de estos procedimientos convencionales se lleva a cabo durante un tiempo de retención de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 3,5 horas, típicamente de 10 minutos a 2,5 horas de tiempo de retención y en muchos casos durante un tiempo de retención de 15 minutos a 1 hora. Estos procedimientos se llevan a cabo asimismo a temperaturas relativamente elevadas, generalmente de 50°C a aproximadamente 150°C, siendo típico de 65°C a aproximadamente 125°C. El blanqueo a más de 100°C requiere un reactor presurizado, lo que implica altos costes de capital.

10 Las pastas recicladas tales como SOW y MP están compuestas de fibras papeleras que han sido separadas por tratamiento químico o mecánico. Las fibras pueden ser de madera dura o de madera blanda. El término pasta química se refiere a pastas digeridas según el procedimiento Kraft (sulfato), sulfito, sosa u "organosolv". El término pasta mecánica se refiere a la pasta producida refinando astillas en un refinador de disco (pasta mecánica del refinador) o triturando troncos en una trituradora (pasta de madera molida). La terminología pastas mecánicas también se refiere a pastas producidas por modificaciones o combinaciones de los métodos o procedimientos mencionados anteriormente. Los ejemplos de tales pastas son pastas termomecánicas, quimiomecánicas y quimiotermeomecánicas. Antes del reciclado, las pastas pueden haber sido ya blanqueadas, por ejemplo, algunas veces están presentes en el material reciclado pastas quimiotermeomecánicas blanqueadas (BCTMP).

15 Utilizando las técnicas de reciclado patentadas actuales, el Solicitante puede lograr cantidades de 20-30%, de papel mixto en la producción de pasta de reciclado completamente blanqueada. Una fase de peróxido alcalino con oxígeno (EOP) ha mostrado la capacidad de decolorar fibras de color marrón hasta cierto punto permitiendo quizás 10% de papel mixto cuando le sigue una fase de blanqueo reductor (Y). Se observan ventajas adicionales con secuencias EOP/P/Y de 3 fases. El procedimiento de blanqueo de fibras Psv o de alta eficacia utiliza blanqueo con peroxi a baja temperatura y de duración prolongada, que es también eficaz para decolorar fibras de color marrón. Este procedimiento de blanqueo permite tanto como 20-30% de papel mixto cuando se utiliza como parte de un procedimiento de blanqueo de tres fases (tanto con, como sin, una fase de oxígeno en la secuencia).

20 A pesar de los avances en la técnica, todavía existe una necesidad percibida desde hace mucho tiempo de acomodar cantidades significativamente mayores de la fibra de papel mixto en la provisión de suministro blanqueado. Para este fin, se insertó una fase de blanqueo con oxígeno alcalino (EO) antes de las dos fases de blanqueo con peróxido para activar la fibra de color marrón hacia el abrillantamiento mediante el blanqueo con peróxido. Las condiciones adecuadas son, por ejemplo, tratar la pasta con una consistencia de 10-30% durante 10-200 minutos a una temperatura de 80 a 90 o 95°C y una presión de oxígeno de 0,25 a 1 MPa (36-145 psig). El oxígeno cargado asciende a aproximadamente 1% de oxígeno en fibra seca en horno (OD) basándose en el peso; el consumo real de oxígeno es significativamente menor. Las condiciones específicas pueden incluir blanqueo con EO durante 60 minutos a una temperatura de 80-87,5°C a una carga de oxígeno de 0,414 MPa (60 psig) al comienzo de la retención y el oxígeno se ventila y se recarga a los 15 minutos. El blanqueo con EO se lleva a cabo, por ejemplo, con NaOH al 3-9% de OP.

25 El uso de una fase de EO como primera fase, es decir, sin peróxido de hidrógeno, se basó, en parte, en el descubrimiento de que el oscurecimiento alcalino en una primera fase podría recuperarse en una fase con peróxido alcalino posterior. Adicionalmente, se reduce el coste del peróxido de hidrógeno. La dosis de NaOH durante el pretratamiento es adecuadamente 1-15% de OP, más típicamente 3-9% de OP. El papel mixto contiene fibra Kraft significativamente sin blanquear que es de color marrón oscuro y contiene significativa lignina. La dosis de álcali se selecciona para proporcionar abrillantamiento sin deslignificación excesiva, es decir, una reducción de Kappa de menos de 50% basada en el índice Kappa antes del pretratamiento con oxígeno. Por ejemplo, si el índice Kappa inicial de la fibra secundaria es 60 antes del pretratamiento, el índice Kappa después del pretratamiento con oxígeno es mayor que 30. En diversas realizaciones, la reducción de Kappa es menor de 40%, 35%, 30%, 25% o 20% basándose en el índice kappa antes del pretratamiento con oxígeno. Esta reducción limitada en lignina contrasta con la invención con la deslignificación con oxígeno convencional, donde la reducción de Kappa típicamente supera 50%.

30 Las condiciones adecuadas para el pretratamiento de papel mixto con oxígeno y cáustico antes del blanqueo adicional aparecen en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2 - Pretratamiento de la Fase O, Papel Mixto

Parámetro	General	Típico	Preferido
pH	8-13	8,5 – 12,5	9,5 – 12,5
% NaOH OP	1-15	3 - 10	3-6
T, °C	60 - 120	75 - 115	80 – 115
O <sub>2</sub> P, PSIG	36 - 145	75 - 130	80 – 120
O <sub>2</sub> P, MPa	0,25-1	0,52 – 0,9	0,55 – 0,83
Consistencia, %	3-30	5-20	6-15
Tiempo de residencia (min)	30 - 150	65 - 130	70 - 115
Reducción de Kappa	5 - 35	10 - 30	15 - 25
Aumento de ISO	0 o menos - 15	3 - 12	4-10

Los procedimientos de laboratorio típicos utilizados para procesar pasta reciclada se proporcionan inmediatamente a continuación.

## 5 Fuentes de pasta

Se recogieron 13 cubetas de pasta de papel mixto (MP) y 2 cubetas del Sistema 2 de calidad de papel de oficina clasificado sin blanquear (SOP) y se colocaron en almacenamiento en frío. La pasta se centrifugó adicionalmente en la planta de blanqueo y se desmenuzó a mano. La consistencia medida fue de 36,8% de sólidos. La Tabla 3 compara la composición de fibras de papel de oficina clasificado de suministro existente de los autores de la presente invención frente a la del papel mixto. El SOP está dominado por la fibra kraft de madera dura que es indicativa de papel kraft fino blanqueado. Las proporciones enriquecidas de kraft de madera blanda y fibra mecánica en papel mixto representan el contenido mucho más alto de kraft de color marrón y mecánico (madera molida/papel de periódico). El papel mixto tiene rutinariamente un índice kappa de 60-65 análogo a ~9% de contenido de lignina.

Tabla 3. Contenido de pasta mecánica de pasta de papel mixto

ID de la muestra	%HWK	%SWK	%Mec
Papel mixto	37,0	29,0	34,0
Papel de oficina clasificado	66,5	24,6	8,9

Se obtuvo igualmente MP embalado. La bala se clasificó en calidad de impresión y escritura segregada (PyW), OCC y calidades mecánicas clasificadas (se utilizó ONP como acrónimo para esta calidad mixta). La pasta reciclada se recibió sin haber sido desentintada mientras que el material embalado era un residuo completo postconsumo. Ambos se convirtieron en pastas y lavaron para eliminar la tinta como se describe a continuación y después se blanquearon mediante el procedimiento Q/O/EOP/P/Y. Como se describe en el presente documento.

### Fabricación de Pasta/Lavado Hi-Con

La fabricación de pasta Hi-con se realizó en la máquina de fabricación de pasta de laboratorio LaMort a un volumen total de 20 L y una consistencia de 11-14% de adición de agua variable según sea visiblemente necesario para lograr una mezcla óptima. La velocidad del rotor fue de 480 rpm, la potencia de salida fue de 27% y el tiempo de fabricación de pasta fue generalmente de 25-30 minutos. El tiempo de fabricación de pasta se controló a un VSI (Índice de Partículas Visible) de 5-6.

A continuación, se retiró la pasta y se lavó durante 1 min en lotes de capa fina en el tamiz manual con agua a alta presión como medio de la retirada parcial de la tinta. La inspección visual de las hojas manuales antes y después confirmó que la pasta era más ligera como resultado del tratamiento similar al hiperlavado. Sin embargo, después de deshidratar la pasta en el embudo Buchner grande, la pasta en el lado del filtro tenía un matiz gris negruzco claro resultante de la migración de la tinta a través de la pasta. No se aplicó flotación en ningún punto del procedimiento para eliminar la tinta.

### Quelación con Ácido (Fase Q)

Para la practicabilidad, la quelación con ácido se realizó al 5% de sólidos y a un pH 2-3 con el propósito de eliminar contraiones, particularmente metales de transición que reducen la estabilidad del H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. En el laboratorio es poco

práctico preparar grandes volúmenes a temperatura moderadamente alta (70°C). Preferiblemente se hará la quelación a 3% de sólidos a 80°C con mezcla superior para homogeneización continua de la pasta.

5 Utilizando el equipo disponible, se suspendieron 500 g de pasta seca en horno (OD) a una consistencia de 5% en un cubo de acero inoxidable de 12 L (3 gal) y el pH se ajustó a ~2 utilizando H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado. Las cubetas se colocaron en el baño de agua grande ajustado a una temperatura del agua de 85°C. La temperatura real de la pasta alcanzó 65°C, aunque el objetivo fue 70°C. La pasta se mezcló a mano periódicamente y se dejó quelar durante 1,5 h ya que no se logró la temperatura objetivo. Al final de la quelación, la pasta se lavó hasta neutralidad en la cesta de tamiz en el fregadero con agua corriente a alta presión y se secó en el Buchner grande.

10 Los resultados hasta ahora no son concluyentes en cuanto a si se necesitaba quelación con ácido antes del pre-blanqueo con oxígeno de los autores de la presente invención. En experimentos previos, el análisis mostró que los contenidos de metales eran relativamente bajos como se observa en la tabla siguiente.

Tabla 4: Concentración de iones de metales de transición en el suministro de papel mixto antes y después de la quelación con ácido.

	Mn	Fe	Cu	Zn	K	Ca	Mg	Na
Papel mixto sin tratar	<2	75,2	3,55	5,76	<80	1390	162	142,1
Papel mixto quelado	<2	25,2	2,54	<2	<70	334	99,7	26,3

15 La Tabla 4 proporciona una comparación de los iones primarios de interés antes y después de la quelación. Como se puede observar, la quelación fue altamente efectiva para reducir el número de contraiones presentes en la pasta y específicamente en los metales de transición. Sin embargo, el contenido de metales de transición antes de la quelación ya era bastante bajo en comparación con los valores de la bibliografía y las especies blanqueadoras pueden ser estables sin la etapa de quelación con ácido.

20 **Pretratamiento con oxígeno (fase O)**

Se colocaron 200 g de pasta seca en horno (OD) en el cuenco mezclador Quantum precalentado. Se disolvió MgSO<sub>4</sub> en agua y después también se disolvió NaOH a una concentración de 3-15%. La tapa se unió rápidamente a la parte superior del cuenco, el reactor se mezcló previamente durante 5 segundos y comenzó el ciclo de reacción. Simultáneamente, el cilindro de oxígeno se acopló al mezclador y el mezclador se presurizó a 0,689 MPa (100 psi). El espacio de cabeza se purgó tres veces para desplazar el aire y asegurar una atmósfera de O<sub>2</sub> pura. La pasta se dejó reaccionar durante 100 min a 100°C. El mezclador de alto cizallamiento se ajustó para mezclar durante 5 segundos cada 2 minutos. Al final del tiempo de reacción, la pasta se probó para determinar el pH final y se lavó con 2 L de agua.

Tabla 5. Condiciones utilizadas para pre-blanqueo con O<sub>2</sub> de papel mixto

	O <sub>2</sub>
%C	14
NaOH, %	3-15
MgSO <sub>4</sub> , %	0,15-0,6
O <sub>2</sub> , MPa (psi)	0,689 (100)
temp, °C	100
tiempo, min	100

30 Este trabajo se centró en gran medida en estudiar el impacto sobre el amarilleamiento en la fase O, como se analiza a continuación. Todo el papel mixto y las combinaciones de papel mixto utilizadas en este estudio se obtuvieron de la fase O con NaOH al 3, 6, 12%. El papel segregado de la bala de papel mixto fue pre-blanqueado con O<sub>2</sub> con NaOH al 6%. Las etapas de blanqueo que se desarrollan se realizaron todas con aplicación convencional de NaOH al 4%/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 8% en la fase Eop y NaOH al 3%/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 3% en la fase P a menos que se indique lo contrario. Todas las fases Y se realizaron con HSO<sub>3</sub><sup>-</sup> al 1%.

35 **1ª Fase con Peróxido sin Oxígeno (P o P<sub>1</sub>)**

La primera fase o el blanqueo con peróxido posterior se puede realizar a presión atmosférica o baja en recipientes que no pueden tolerar presiones de oxígeno. Se añadieron 30 g de pasta OD a un mezclador Hobart y se añadió la solución de peróxido como se ha descrito anteriormente al cuenco y la pasta se combinó durante 1 minuto a la velocidad 1 y después la solución de hidróxido se añadió al Hobart y la pasta se combinó durante 2 minutos a la

velocidad 2. La pasta se transfirió después a una bolsa de blanqueo, la bolsa se selló y se mezcló a mano y se colocó en el agua ajustada a 92°C para lograr 80°C en la bolsa. Las bolsas se mezclaron de nuevo cada 20 min más o menos durante 2 horas.

**2ª Fase con Peróxido (P<sub>2</sub>)**

- 5 Los blanqueos de la con peróxido de la segunda fase se realizaron de forma idéntica a la descrita anteriormente.

Tabla 6. Intervalo de condiciones para la fase final de abrillantamiento P

	P
%C	12
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , %	2-4
NaOH, %	2-3
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> , %	1-1,5
temp, °C	80
tiempo, min	120

**1ª Fase o posterior de peróxido con oxígeno (PO o EOP o E<sub>op</sub>)**

- 10 El blanqueo con peróxido de la primera fase o posterior con oxígeno se lleva a cabo como sigue: se colocaron 200 g de pasta de papel DO en el cuenco mezclador cuántico precalentado. Se añadió H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a una cantidad de agua y se dispersó y se añadió Cinburst 2350 (quelante) a esa misma agua. El Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> y a continuación el NaOH se disolvieron en el resto del agua a una concentración según la Tabla 7. La solución de peróxido se añadió primero al mezclador cuántico y después al hidróxido. La tapa se unió rápidamente a la parte superior del cuenco y se siguió el mismo procedimiento que anteriormente. El mezclador se presurizó a 0,482 MPa (70 psi) y la pasta se dejó reaccionar durante 15 90 min a 80°C. La pasta se probó al final para determinar el pH residual y el consumo de peróxido y se lavó con 2 L de H<sub>2</sub>O.

Tabla 7. Intervalo de condiciones para el blanqueo con peróxido reforzado con oxígeno

	EOP
%C	12
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , %	8
NaOH, %	3-4
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> , %	0,5
O <sub>2</sub> , MPa (psi)	0,482 (70)
temp, °C	80
tiempo, min	90

Blanqueo oxidativo de duración prolongada también denominado peróxido "Sous Vide" (P<sub>sv</sub>)

- 20 El blanqueo oxidativo de duración prolongada, o P<sub>sv</sub> es un nuevo tipo de fase de blanqueo desarrollada por el Solicitante. P<sub>sv</sub> literalmente significa "a vacío", pero en la aplicación real representa una fase de cocción larga y a baja temperatura. Esta tecnología puede ser adaptada para un coste pequeño para conseguir esencialmente un brillo alto a un coste de funcionamiento bajo. La retención larga y baja temperatura produjeron un brillo que era de 2-3 puntos inferior a otras opciones, pero tiene ventajas de menores costes energéticos y mínima inversión de capital adicional.
- 25 P<sub>sv</sub> puede blanquear las fibras coloreadas que no pueden las aplicaciones clásicas a alta temperatura. Lo que ocurre probablemente es que el tiempo de residencia más largo permite que se completen las rutas de reacción más lentas, lo que hace que la lentitud oxide los radicales que se deben abrillantar.

- 30 Se preparó una muestra grande de 80/20 SOP/pasta mezclada y se dividió en tres muestras. Se estableció el blanqueo con P<sub>sv</sub> para las tres muestras con un retraso de 6 horas entre las muestras. Esto permitió la prueba horaria durante 24 horas. El brillo, el pH y el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> residual se midieron cada hora. Adicionalmente, algunas muestras se mantuvieron a temperatura durante 90 horas y después se sometieron a prueba. Las condiciones de blanqueo fueron 2% OP con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 2% OP con NaOH y 0,5% OP con silicato sódico. La temperatura de retención fue de 51,66°C (125°F). Los detalles aparecen en la Tabla 8.

Tabla 8 - Características de Blanqueo mediante Psv

Tiempo transcurrido Hr	Brillo de la muestra			pH		
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
0	58,1	58,1	58,1			11,2
1	63,4	63,6		11,12	10,74	
2	65,9	66,3		10,94	10,62	
3	66,8	67,6		10,93	10,7	
4	69,3	68,9		10,87	10,41	
5	70,3	70		10,89	10,83	
6	70,6			10,95		
7	69,8			10,95		
8	71,6			10,91		
9	71,5			10,87		
10	72		72,7	10,77		11,11
11	72,6			10,78		
12	72,3		72,4	10,7		11,1
13			73,3			11,03
14			73,4			11,04
15			73,5			10,98
16		73,4			11,17	
17		73			11,03	
18		73,6			11,01	
23	72,9			11,06		
24	73			11,03		
90			72,1			

5 La comparación con el blanqueo en fase P convencional y la evaluación multifase se observan en la Figura 3. Se observan detalles adicionales en la Solicitud de Patente de Estados Unidos en tramitación junto con la presente Núm. de Serie 17/006.089 (número de publicación US 2021/0079594 A1), cuya divulgación se incorpora en el presente documento como referencia. En general, las fases de Psv se llevan a cabo durante un tiempo de retención del blanqueo en una fase de blanqueo de duración prolongada durante un tiempo de retención de al menos 6 horas; adecuadamente de 6 a 90 horas o más, tal como durante al menos 9 o 12 horas hasta 90 horas o más.

**Fase de Blanqueo Reductor/Lavado (Y/W)**

10 La etapa de blanqueo reductor se realiza esencialmente para colorear la tira (desactivar los colorantes en la pasta). Esto se realiza en la caja de guantes purgada durante 30 min con N<sub>2</sub> de baja pureza. Todas las muestras de pasta blanqueada se prepararon hasta un 6% de sólidos y se colocaron en la caja de guantes antes del purgado para garantizar que no había oxígeno que reaccionara con el hidrosulfito reaccionante. En rápida sucesión, se añadieron 0,2 g del hidrosulfito de sodio a ~30 mL de agua en un vaso de precipitados de 250 mL y se añadieron rápidamente a las pastas blanqueadas y las bolsas se sellaron. Una vez que todas las bolsas se sellaron, se transfirieron al baño de agua a 80°C y se hicieron reaccionar durante 60 minutos.

15

Tabla 9. Condiciones de blanqueo reductor

	Y
%C	6
HSO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1
temp, °C	80
tiempo, min	60

## ES 3 013 584 T3

Las ganancias de brillo ilustrativas de los tratamientos Y/W aparecen en la Tabla 10 a continuación.

Tabla 10: Ganancias de brillo de las fases Y y W

Esquema	Y	W
O/P 2-2/P	6,30	0,70
O/P 4-4/P	5,20	1,90
O/P 4-8/P	5,60	1,60
O/EOP/P 2-2	2,60	2,80
O/EOP/P 3-3	3,50	2,70
O/EOP/P 3-4	4,60	3,10
O/Psv/P	4,70	2,10
Promedio	4,64	2,13

**Fase de Blanqueo/lavado de Varias Fases**

Los resultados representativos para el abrillanamiento en múltiples fases aparecen en la Figura 1 y la Tabla 11 a continuación.

Tabla 11. Datos de color de MP/SOP 50/50 combinados post-fase O<sub>2</sub> a diferentes niveles de tratamiento

Color	50% MP (O12)/50% HBC	O12/EOP (4/8)	O/EOP/P (2/2)	O/EOP/P (3/3)	O/EOP/P (3/4)	O/EOP/P (2/4)	O/EOP/P (2/2)	O/EOP/P (3/3)	O/EOP/P (3/4)	O/EOP/P (3/3)	O/EOP/P (3/4)	O/EOP/P (2/4)
ISO <sub>2</sub>	56,49	74,50	75,01	75,00	75,58	75,46	82,10	82,03	82,89	82,03	82,89	82,94
Li	86,06	91,90	91,99	91,68	91,74	91,71	95,00	95,03	94,90	95,03	94,90	95,05
ar	-0,94	-1,17	-1,42	-1,40	-1,44	-1,41	-78,72	-1,53	-1,44	-1,53	-1,44	-1,42
br	12,35	5,13	4,83	4,31	3,95	4,21	4,56	4,65	3,75	4,65	3,75	3,98

O12 Se refiere al tratamiento con oxígeno con 12% de sosa caustica en la pasta

5 Cuando se blanquea 100% de MP utilizando la fase de pre-blanqueo con oxígeno para preparar el suministro para una secuencia de blanqueo con peróxido/hidrosulfito, la pasta resultante después del blanqueo tenía un Brillo ISO 77 que estaría en el extremo inferior del intervalo de brillo diana de los autores de la presente invención. Dado el hecho de que a corto plazo el papel mixto se utilizaría muy probablemente para los fallos de suministro de SOP, la ruta lógica para elevar el brillo a los objetivos de línea central de los autores de la presente invención sería combinar el papel mixto blanqueado con el SOP.

10 Los resultados analizados inmediatamente a continuación se dirigen a cómo combinar de manera óptima el papel mixto de color marrón (ISO 35-40) con el SOP sin blanquear, más brillante (ISO 65-70). La combinación antes del blanqueo con oxígeno requeriría un mayor capital para acomodar el rendimiento de todo el suministro de papel de desecho, pero proporcionaría mejor homogeneidad del producto y menos modificación de las operaciones existentes de la planta de blanqueo. La combinación después del oxígeno requeriría algo de operaciones de modificación, pero requeriría un capital más pequeño y un consumo químico reducido para la fase de O<sub>2</sub> (Figura 2B). Esta opción también permitiría instalar y tratar la torre de blanqueo con oxígeno como un accesorio modular en una planta de blanqueo existente. Los resultados indican que esta última es la opción preferida.

### 15 Pre-Combinaciones de Papel Mixto y SOP (Opción A)

20 Inicialmente, los autores de la presente invención blanquearon pasta MP, que es el suministro de toalla de color marrón compuesto por 100% de papel mixto, hasta una norma ISO de 75+. Se anticipó que la mezcla de papel mixto con un Brillo ISO de 75+ con la pasta sin blanquear del Sistema 2 que tiene un brillo máximo en los valores de 80 altos conseguiría un brillo combinado global en los valores de 80 bajos a medios. Los resultados de los segundos esfuerzos de los autores de la presente invención eran "insatisfactorios", lo que significa que están por debajo del trabajo previo y son instructivos para entender esta nueva materia prima y cómo manejarla mejor para comercializarla basándose en estos hallazgos. (Tabla 12) Específicamente, la ISO final de papel mixto al 100% de los autores de la presente invención era menor y las combinaciones no cumplían con sus objetivos esperados. De hecho, apenas alcanzaron ISO 80 con una combinación de 50% MP/50% SOP. Dos factores estaban en funcionamiento aquí: 1) basándose en la curva de reducción de Kappa de los autores de la presente invención y los resultados de blanqueo (Figura 4, 5), se redujo la carga cáustica en el pre-blanqueo con oxígeno, y 2) habiendo combinado previamente las pastas antes del tratamiento con O<sub>2</sub>, los autores de la presente invención expusieron la pasta de SOP con muy poco contenido de lignina al tratamiento cáustico.

Tabla 12. Combinaciones v. ISO\*

% SOP	% MP	ISO
100	0	86,0
50	50	80,5
25	75	74,9
0	100	70,8

\*NOTA: 100% de SOP con alta ISO no se sometió a pretratamiento con oxígeno.

30 La pasta resultante es fácilmente blanqueable, como se ve observa la Figura 6.

35 Los experimentos resumidos en la Figura 7 se realizaron con una carga cáustica de 3% en la fase de oxígeno y la pasta final tenía un brillo de sólo 71 en comparación con 77 de la pasta preparada a partir de los tratamientos cáusticos superiores. El impacto observado al combinar el papel mixto con el SOP sin blanquear fue menor que el esperado. En todos los casos, los autores de la presente invención estuvieron combatiendo con la "tonalidad amarilla"; la pasta parecía ser brillante, pero tenía un carácter amarillo claro que disminuía su rendimiento óptico y hacía inferir una calidad inferior.

40 El valor L\* representa la luminosidad (0 = negro, 100 = blanco) de la pasta y todas las combinaciones de MP/SOP se encuentran entre 90-95 en la escala L\*, lo que indica que todas las pastas tienen un fondo brillante. (Figura 7) Incluso con todas las combinaciones de los autores de la presente invención que tienen un valor L\* >90, apenas se pudo conseguir un brillo de 80 con 50% de SOP. Con 100% de SOP hay un diferencial de 9 puntos entre L\* e ISO y este diferencial aumenta con el aumento de la sustitución de MP. La pasta con 100% de MP se retrasa 3 puntos por detrás de la pasta con 100% de SOP en la escala de blancura y 15 puntos en la escala de Brillo ISO. Dadas las pendientes de las dos líneas, es evidente que hubo otros factores que limitaban el brillo.

45 La diferencia entre las dos pastas se expresa en el valor b\*, que representa el contraste entre azul (-) y amarillo (+) en la escala de color CIELAB. Cuanto mayor sea la magnitud en dirección positiva o negativa, mayor será el aspecto impartido al material. Aunque puede parecer insignificante, b\* para 100% de MP fue 7,63 frente a 0,97 para el 100% de SOP. (Figura 7) La combinación 50/50 alcanzó un máximo justo por encima de ISO 80 y tenía b\* de 3,99. Los datos indican que un valor b\* de <4 es el umbral para pasta de papel de alto brillo óptico procedente de papel de color marrón

reciclado. La cuestión ahora era entender mejor el fenómeno y cómo controlarlo mejor para obtener el máximo rendimiento.

El amarilleamiento es bien conocido en la fabricación de papel y se ha entendido desde hace tiempo como resultado de grupos funcionales cromóforos (absorbentes de luz) en la lignina y también la celulosa en algunos casos. Los cromóforos son enlaces químicos insaturados (dobles enlaces) que pueden absorber luz, fotooxidarse y reaccionar con otros radicales químicos para inducir inestabilidad y reflejarse en el intervalo amarillo del espectro visible. El amarilleamiento del cromóforo es prevalente en calidades mecánicas, particularmente papel de periódico, cuando se deja al sol, el periódico amarillará rápidamente debido a los altos contenidos de lignina. La lignina es un polímero heteroaromático (es decir, tiene muchos enlaces químicos insaturados) y puede contener estructuras de meturo de quinona estabilizadas por resonancia que son bien conocidas por expresar color. Previamente, los autores de la presente invención informaron que el papel mixto contiene aproximadamente 1/3 de cada una de pasta mecánica y fibras Kraft de color marrón; tendría sentido que el contenido de lignina en el papel mixto contribuyera a un aspecto amarillo.

Se postuló que la pasta de SOP rica en celulosa puede experimentar reacciones indeseables al pH alto encontrado en la fase de blanqueo con oxígeno. Si se determinara la composición del SOP, sería papel de calidad copia abrumadoramente blanco con algunas fibras Kraft de color marrón y mecánicas contaminantes. La pasta total probada tenía un índice Kappa de 19, lo que indica que el SOP tiene ~3% de lignina en su totalidad. Ese contenido de lignina probablemente se concentra en el contenido menor de calidades de color marrón y mecánicas allí contenidas. En el blanqueo con oxígeno una vez que los compuestos de lignina oxidables han reaccionado, la selectividad de los oxidantes a la lignina disminuye drásticamente y las reacciones secundarias competitivas con la celulosa se vuelven más prevalentes. Se anticiparía que las "reacciones de pelado" se volverían más comunes y el resultado sería un aumento en las estructuras de carbonilo y carboxilo, conteniendo ambas enlaces C=O insaturados. Estos enlaces pueden absorber luz y reflejar color y pueden reaccionar adicionalmente para crear grupos más cromóforos. Por lo tanto, se suponía que puede ser preferible evitar el entorno de alto pH y temperatura en el tratamiento del SOP que ya está abrumadoramente libre de lignina para evitar reacciones de amarilleamiento.

Los autores de la presente invención separaron papel de calidad de impresión y escritura (PyW) de una bala de papel mixto y se sometió a una secuencia de blanqueo O/P/P/Y, La calidad PyW ya era ISO 67 y Kappa 24 antes del tratamiento con O<sub>2</sub> e ISO disminuyó 7 puntos mientras que Kappa se redujo solo 2 puntos (Tabla 13 y Figura 8). Se observa a partir de los datos que no es favorable someter un suministro de papel blanco a pre-tratamiento con O<sub>2</sub>.

Tabla 13. Reducción de Kappa mediante fase de pre-blanqueo con O<sub>2</sub>

	Kappa de partida	Kappa final
PyW	24,3	22,3
OCC	72,7	42,6
ONP	115,3	105,1

Los OCC clasificados se beneficiaban del pre-blanqueo con O<sub>2</sub> en términos de eliminación de lignina y mejora del brillo. Dada la pendiente de la ganancia de brillo, los OCC se podrían blanquear potencialmente más de lo que se lograba con 6% de sosa cáustica. La bibliografía indica que se requiere NaOH a +12% para reducir OCC a una fibra secundaria de calidad blanqueable mediante secuencias de blanqueo Kraft tradicionales. Véase, la Patente de Estados Unidos Núm. 5.350.493 de *Nguyen*. El papel prensa antiguo (ONP) no parece ser muy reactivo al oxígeno en un ambiente alcalino, sino que por sí mismo se abriganta gradualmente. Se sabe que el P&W puede blanquearse mediante un sistema P/Y hasta ISO 86-88, por lo que la disminución en el brillo a partir del oscurecimiento alcalino nunca se revirtió completamente.

Para cerrar el círculo en torno al valor b\* y al amarilleamiento, la Figura 9 es sumativa del efecto de la carga cáustica y la composición de fabricación de fibras sobre el valor b\* de la pasta resultante. Los autores de la presente invención observaron una regresión en ISO para el P&W segregado de 7 puntos de 67 a 60; también observaron un aumento en b\* de 0,6 a 9,3, un aumento muy grande en el amarilleamiento. Esto es una confirmación de que los autores de la presente invención necesitan combinar su SOP después de blanquear previamente el papel mixto para mantener un valor de b\* bajo. Se debe observar que, aunque se alcanzó ISO de 81,5 al final con P&W, se gastó todo el tiempo y la energía química revirtiendo esta disminución de b\* y sólo se volvió a un valor de b\* de 4 que ha sido consecuentemente hasta ahora la meseta a la que se puede invertir la reversión del brillo.

La curva superior anterior representa el impacto de amarilleamiento que el álcali tiene sobre 100% de papel mixto; la fibra Kraft de color marrón ya ha experimentado particularmente oscurecimiento y amarilleamiento alcalinos durante el procedimiento de fabricación de pasta Kraft y, en general, la pasta MP lleva con ella un valor b\* de ~10. Este valor parece estabilizarse alrededor de 20 para papel mixto después de la fase con O<sub>2</sub>, pero con la pasta 100% OCC los autores de la presente invención observaron un valor de 23. También se muestra el valor b\* de las mezclas MP/SOP preparadas antes del tratamiento con oxígeno. Ni que decir tiene que b\* de las pastas es predecible basándose en la

razón y  $b^*$  final de la MP y la SOP (20 y 9) por sí mismas. Si lo hubiera, el valor real se mueve ligeramente por encima del pronosticado.

Los puntos de datos a la derecha en la Figura 9 proporcionan una transición al siguiente conjunto de datos. Esta vez, los autores de la presente invención preblanquearon pasta mixta y a continuación la combinaron antes del blanqueo con peróxido. A la razón 50/50 los autores de la presente invención promediaron ahora el  $b^*$  alto del MP y el  $b^*$  bajo del SOP sin blanquear. La fase de blanqueo con peróxido comienza por tanto a un valor  $b^*$  de 12,35, en lugar de 14-20 en las pastas combinadas previamente. En este caso, sólo las fibras derivadas de MP necesitaban un fuerte blanqueo para des-amarillearlas y abrillantarlas, mientras que las fibras derivadas de SOP tenían ya un brillo relativamente alto con poco amarilleamiento. El resultado neto fue capaz de producir una pasta acabada que contenía 50% de MP con un buen brillo y un bajo valor  $b^*$ .

Las Figuras 10 y 11 ilustran la ruta preferida hasta un alto brillo con combinaciones de papel altamente mezcladas. La pasta 50/50 combinada antes de la fase con  $O_2$  se acabó con un valor  $b^*$  de 3,99 y una ISO de 80,5. La combinación 50/50 post- $O_2$  tenía un valor  $b^*$  de 3,75 y un valor  $L^*$  superior al de la combinación previa (94,9 frente a 94,0), lo que se traduce en una ganancia de brillo de 2,5 puntos.

En general, se observa que la fibra secundaria elaborada a partir de papel mixto tiene propiedades comparables a la pasta reciclada comercial e interna y puede prepararse internamente añadiendo una única operación unitaria disponible a la tecnología de blanqueo existente. Véase la Tabla 14 a continuación.

Tabla 14. Comparación de las propiedades de masa y resistencia de la combinación de papel mixto frente a las pastas comerciales

	Masa ( $cm^3/g$ )	Tracción (BL) (km)	Estiramiento (%)	Módulo de tracción ( $kg/mm^2$ )	Enlace Interno Scott	CSF (ml)
SRM 3	1,67	3,38	3,52	109,2	118	559
Resolute	1,59	3,85	3,74	116,0	136	317
100% MP blanqueado	1,52	3,33	2,79	114,7	198	303

### Realizaciones ilustrativas

Según un ejemplo de la invención, un método para fabricar una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada comprende: (a) pretratar una primera mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno; teniendo dicha primera mezcla de fibras celulósicas recicladas un primer índice Kappa alto antes del pretratamiento y un índice Kappa reducido después del pretratamiento que es menor que dicho primer índice Kappa alto; y (b) combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con una segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto del primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas; y (c) blanquear oxidativamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas de la etapa (b); y opcionalmente (d) blanquear reductivamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas de la etapa (c).

Según una realización del ejemplo, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno se lleva a cabo a una presión de oxígeno de 0,25-1 MPa.

Según otra realización del ejemplo, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno se lleva a cabo en presencia de un agente alcalino.

Según otra realización del ejemplo, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno se lleva a cabo a un pH de 8 a 13.

Según otra realización del ejemplo, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno se lleva a cabo durante un tiempo de residencia en un recipiente de blanqueo de 30 a 150 minutos.

Según otra realización del ejemplo, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno se lleva a cabo mientras se aplica de 1% a 15% de NaOH a la primera mezcla de fibras celulósicas basándose en el peso seco de la primera mezcla de fibras celulósicas.

Según otra realización del ejemplo, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno es eficaz para reducir el índice Kappa de la primera mezcla de fibras celulósicas de 5 a 35 puntos.

Según otra realización del ejemplo, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno es eficaz para aumentar el Brillo ISO de la primera mezcla de fibras celulósicas de 3 a 12 puntos.

- 5 Según otra realización del ejemplo, la etapa de combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, comprende combinar al menos 30% en peso de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso de la combinación.
- 10 Según otra realización del ejemplo, la etapa de combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, comprende combinar al menos 40% en peso de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso de la combinación.
- 15 Según otra realización del ejemplo, la etapa de combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, comprende combinar al menos 50% en peso de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso de la combinación.
- 20 Según otra realización del ejemplo, la etapa de combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso de la combinación.
- 25 Según otra realización del ejemplo, la etapa de combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, comprende combinar al menos 60% en peso de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso de la combinación.
- 30 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo oxidativo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas comprende el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye: (i) proporcionar la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en forma acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135 °F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas.
- 35 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende el blanqueo oxidativo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas, seguido del blanqueo reductivo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas.
- 40 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo oxidativo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas incluye el blanqueo en una o más de una fase EO, una fase EOP, una fase P, una fase Paa o una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas en forma acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas.
- 45 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase EOP, seguido de una fase P, seguido de una fase Y.
- 50 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas en una fase P, seguido de otra fase P, seguido de una fase Y.
- 55 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas en una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas en forma acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto

- 5 con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas, seguido de una fase P, seguido de una fase Y.
- 10 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas en forma acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135 °F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas, seguido de una fase Y.
- 15 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas en una fase P, seguido de una fase EOP, seguido de una fase Y.
- 20 Según otra realización del ejemplo, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas en una fase EOP, seguido de una fase Paa, seguido de una fase Y.
- 25 Según otro ejemplo de la invención, una pasta papelera consiste esencialmente en fibra celulósica reciclada que tiene un índice Kappa superior a 15 y un Brillo ISO superior a 80 preparada por el método del ejemplo de la invención descrito anteriormente.
- 30 Según otro ejemplo de la invención, un método para pretratar y blanquear pasta papelera de fibra celulósica reciclada comprende: (a) pretratar una mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno, teniendo dicha mezcla de fibras celulósicas recicladas un primer índice Kappa alto antes del pretratamiento y un índice Kappa reducido después del pretratamiento que es menor que dicho primer índice Kappa alto; y (b) blanquear la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas de la etapa (a).
- Según una realización de dicho ejemplo anterior, la etapa de pretratamiento de la mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno se lleva a cabo a una presión de oxígeno de 0,25-1 MPa.
- Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la etapa de pretratamiento de la mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno se lleva a cabo en presencia de un agente alcalino.
- 35 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la etapa de pretratamiento de la mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno se lleva a cabo a un pH de 8 a 13.
- Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la etapa de pretratamiento de la mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno se lleva a cabo durante un tiempo de residencia en un recipiente de blanqueo de 30 a 150 minutos.
- 40 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la etapa de pretratamiento de la mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno se lleva a cabo mientras se aplica de 1% a 15% de NaOH a la mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso seco de la primera mezcla de fibras celulósicas.
- Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la etapa de pretratamiento de la mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno es eficaz para reducir el índice Kappa de la primera mezcla de fibras celulósicas de 5 a 35 puntos.
- 45 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno es eficaz para aumentar el Brillo ISO de la primera mezcla de fibras celulósicas de 3 a 12 puntos.
- Según otra realización de dicho ejemplo anterior, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas comprende el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye: (i) proporcionar la pasta celulósica acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas.
- 50

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas comprende el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo.

5 Preferiblemente, la pluralidad de fases de blanqueo incluye una o más de una fase EO, una fase EOP, una fase P, una fase Paa, una fase Y o una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la pasta celulósica acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de  
10 blanqueo de duración prolongada de 6 a 90 horas.

Alternativamente, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende el blanqueo secuencial de la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase EOP, seguido de una fase P, seguido de una fase Y.

15 Alternativamente, de forma adicional, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase P, seguido de otra fase P, seguido de una fase Y.

20 Alternativamente, de forma adicional, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la pasta celulósica acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas, seguido de una fase P, seguido de una fase Y.

25 Alternativamente, de forma adicional, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la pasta celulósica acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas, seguido de una fase Y.  
30

35 Alternativamente, de forma adicional, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase P, seguido de una fase EOP, seguido de una fase Y.

Alternativamente, de forma adicional, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase EOP, seguido de una fase Y.

40 Alternativamente, de forma adicional, el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende el blanqueo secuencial de la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase EOP, seguido de una fase Paa, seguido de una fase Y.

Según otro ejemplo de la invención, la pasta papelera consiste esencialmente en fibra celulósica reciclada que tiene un índice Kappa mayor que 15 y un Brillo ISO mayor que 80.

Según una realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera tiene un índice Kappa superior a 15 e inferior a 40.

45 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera tiene un índice Kappa superior a 15 e inferior a 35.

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera tiene un índice Kappa superior a 15 e inferior a 30.

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera tiene un índice Kappa superior a 15 e inferior a 25.

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera tiene un índice Kappa superior a 20 e inferior a 40.

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera tiene un índice Kappa superior a 20 e inferior a 35.

50 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera tiene un índice Kappa superior a 20 e inferior a 30.

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera se prepara a partir de una mezcla de fibras celulósicas recicladas que contiene menos de 50% en peso de pasta mecánica, basándose en el peso seco de la

## ES 3 013 584 T3

mezcla de fibras.

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera se prepara a partir de una mezcla de fibras celulósicas recicladas que contiene menos de 40% en peso de pasta mecánica, basándose en el peso seco de la mezcla de fibras.

- 5 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera se prepara a partir de una mezcla de fibras celulósicas recicladas que contiene menos de 30% en peso de pasta mecánica, basándose en el peso seco de la mezcla de fibras.

- 10 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera se prepara a partir de una mezcla de fibras celulósicas recicladas que contiene menos de 25% en peso de pasta mecánica, basándose en el peso seco de la mezcla de fibras.

Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera se prepara a partir de una mezcla de fibras celulósicas recicladas que contiene menos de 30% en peso de pasta mecánica, basándose en el peso seco de la mezcla de fibras.

- 15 Según otra realización de dicho ejemplo anterior, la pasta papelera se prepara a partir de una mezcla de fibras celulósicas recicladas que contiene menos de 30% en peso de pasta mecánica, basándose en el peso seco de la mezcla de fibras.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para fabricar una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada, que comprende:

(a) tratar previamente una primera mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno, en donde la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno se lleva a cabo en presencia de un agente alcalino a un pH de 8 a 13, a una presión de oxígeno de 0,25-1 MPa durante un tiempo de residencia en un recipiente de blanqueo de 30 a 150 minutos, y en donde la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno es eficaz para reducir el índice Kappa de la primera mezcla de fibras celulósicas de 5 a 35 puntos; teniendo dicha primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, por lo tanto, un primer índice Kappa alto antes del pretratamiento y un índice Kappa reducido después del pretratamiento que es inferior a dicho primer índice Kappa alto; y

(b) combinar la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con una segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, en donde la etapa de combinación comprende combinar al menos 30% en peso de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso de la combinación; y

(c) blanquear oxidativamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas de la etapa (b); y opcionalmente

(d) blanquear reductivamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas de la etapa (c).

2. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno es eficaz para aumentar el Brillo ISO de la primera mezcla de fibras celulósicas de 3 a 12 puntos.

3. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde la etapa de combinación de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, comprende combinar al menos 50% en peso de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas con el índice Kappa reducido con la segunda mezcla de fibras celulósicas recicladas que tiene un segundo índice Kappa menor que el primer índice Kappa alto de la primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, basándose en el peso de la combinación.

4. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde el blanqueo oxidativo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas comprende el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye: (i) proporcionar la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en forma acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas.

5. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear oxidativamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas, seguido de blanquear reductivamente la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas.

6. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde el blanqueo oxidativo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas incluye blanquear en una o más de una fase EO, una fase EOP, una fase P, una fase Paa o una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas en forma acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de al menos 6 horas.

7. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase EOP, seguido de una fase P, seguido de una fase Y.

8. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas combinadas comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas combinadas en una fase P, seguido de una fase EOP, seguido de una fase Y.
- 5 9. El método de fabricación de una pasta papelera de alto brillo a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 1, en donde la pasta resultante es una pasta papelera que consiste esencialmente en fibra celulósica reciclada que tiene un índice Kappa mayor que 15 y un Brillo ISO mayor que 80.
10. Un método de pretratamiento y blanqueo de la pasta papelera a partir de fibra celulósica reciclada, que comprende:
- 10 (a) pretratamiento de una primera mezcla de fibras celulósicas recicladas con oxígeno, en donde la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno se lleva a cabo en presencia de un agente alcalino a un pH de 8 a 13, a una presión de oxígeno de 0,25-1 MPa durante un tiempo de residencia en un recipiente de blanqueo de 30 a 150 minutos, y en donde la etapa de pretratamiento de la primera mezcla de fibras celulósicas con oxígeno es eficaz para reducir el índice Kappa de la primera mezcla de fibras celulósicas de 5 a 35 puntos; teniendo dicha primera mezcla de fibras celulósicas recicladas, por lo tanto, un primer índice Kappa alto antes del pretratamiento y un índice Kappa reducido después del pretratamiento que es inferior a dicho primer índice Kappa alto; y
- 15 (b) blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas de la etapa (a).
11. El método de pretratamiento y blanqueo de pasta papelera a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 10, en donde el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas comprende el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo.
- 20 12. El método de pretratamiento y blanqueo de pasta papelera a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 11, en donde la pluralidad de fases de blanqueo incluyen una o más de una fase EO, una fase EOP, una fase P, una fase Paa, una fase Y o una fase de blanqueo de duración prolongada que incluye (i) proporcionar la pasta celulósica acuosa a la fase de blanqueo de duración prolongada a una consistencia de 10% a 30% junto con un agente blanqueador de peroxi y un agente alcalino eficaz para ajustar el pH de la carga de 9,5 a 12,5; (ii) blanquear la pasta en el recipiente de blanqueo mientras se mantiene una temperatura de blanqueo de duración prolongada de 43°C (110°F) a 57°C (135°F) y un pH de la carga de 9,5 a 12,5 durante un tiempo de retención del blanqueo en la fase de blanqueo de duración prolongada de 6 a 90 horas.
- 25 13. El método de pretratamiento y blanqueo de pasta papelera a partir de fibra celulósica reciclada según la Reivindicación 11, en donde el blanqueo de la mezcla de fibras celulósicas recicladas pretratadas en una pluralidad de fases de blanqueo comprende blanquear secuencialmente la mezcla de fibras celulósicas recicladas en una fase EOP, seguido de una fase P, seguido de una fase Y.
- 30 14. Una pasta papelera que consiste esencialmente en fibra celulósica reciclada que tiene un índice Kappa mayor que 15 y un Brillo ISO de más de 80.
- 35 15. La pasta papelera que consiste esencialmente en fibra celulósica reciclada que tiene un índice Kappa mayor que 15 y un Brillo ISO de más de 80 según la Reivindicación 14, que contiene menos de 50% en peso de pasta mecánica, basándose en el peso seco de la mezcla de fibras.

FIG. 1

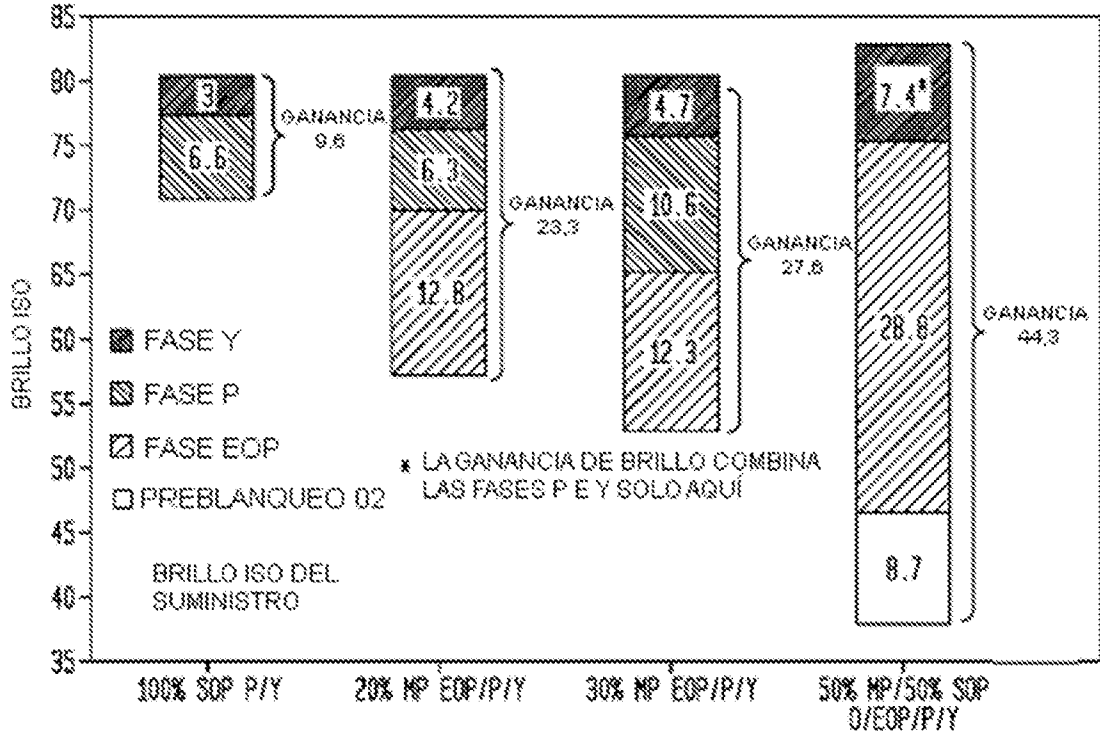


FIG. 2A

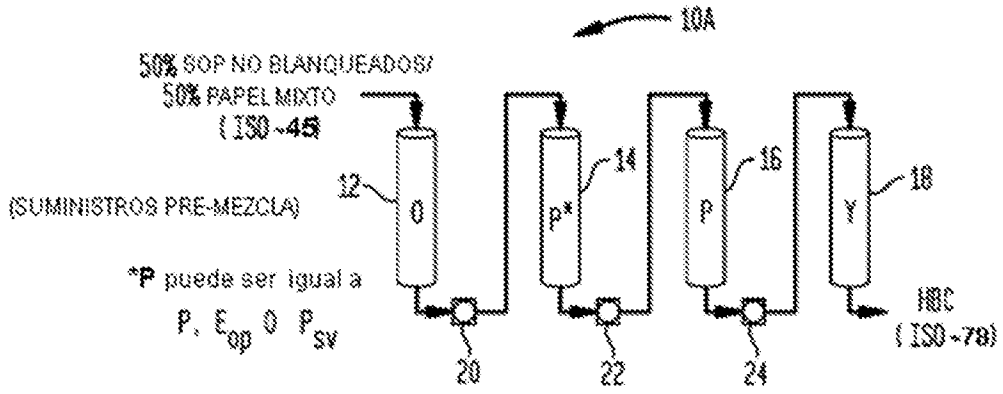


FIG. 2B

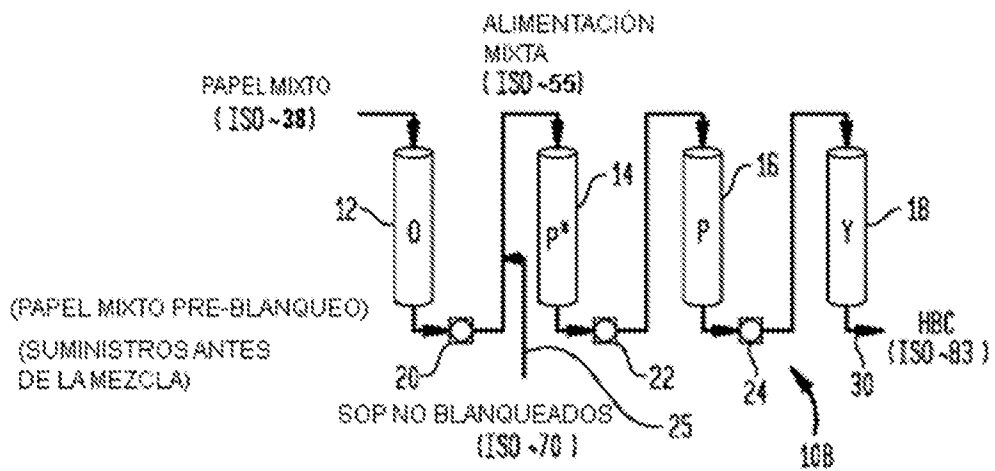


FIG. 3

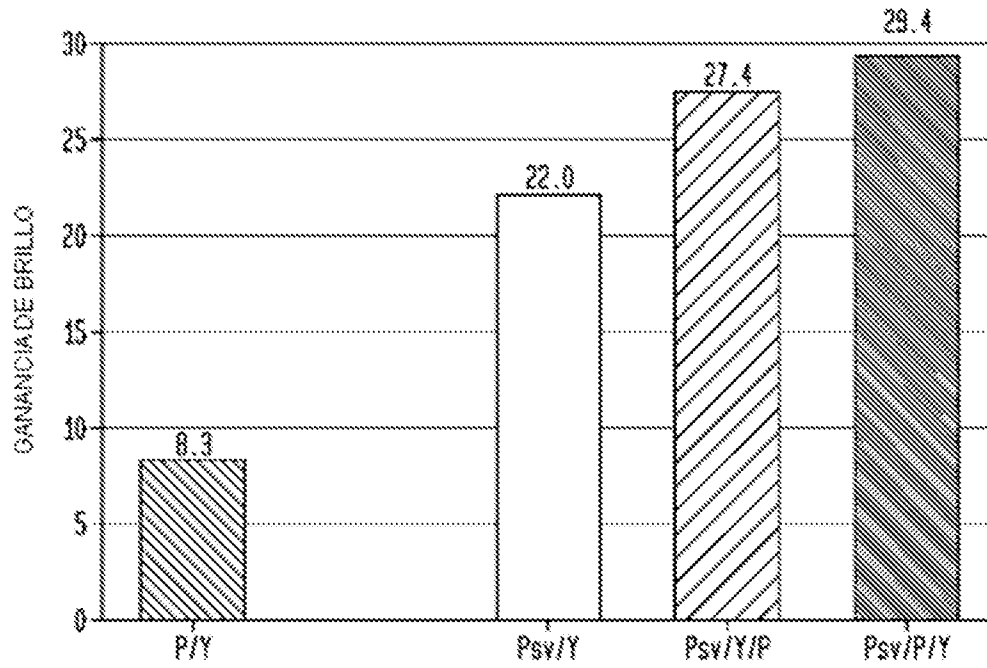


FIG. 4

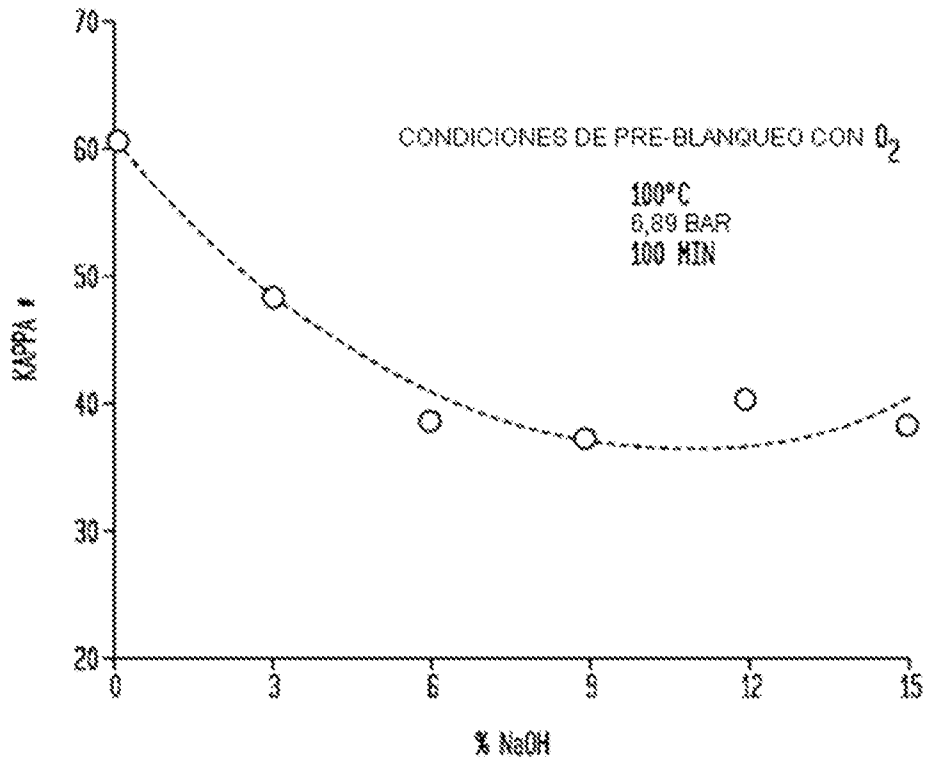


FIG. 5

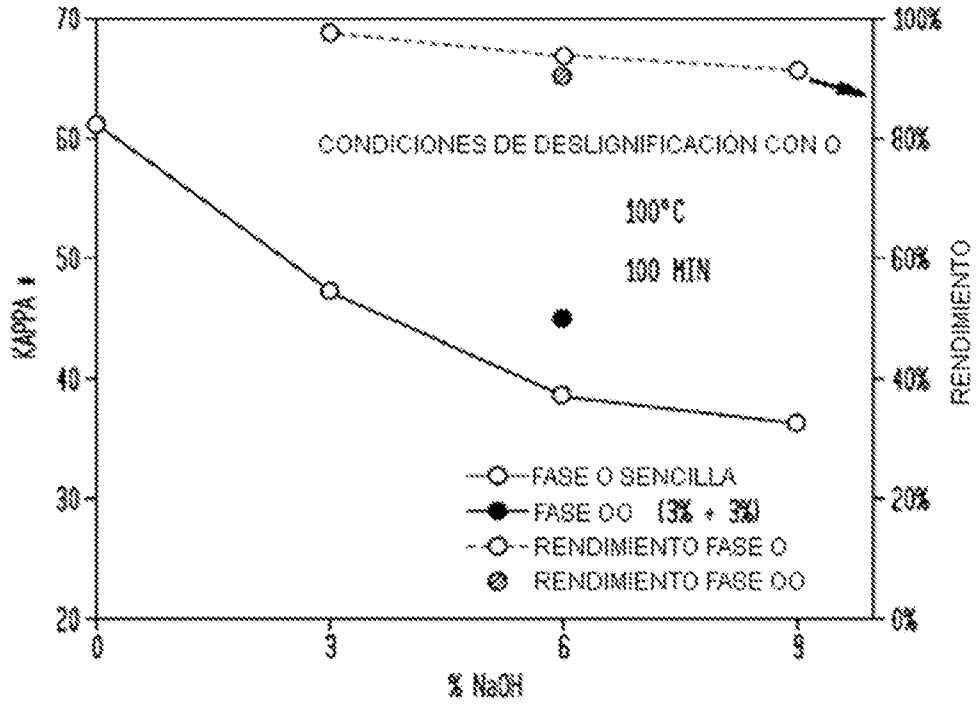


FIG. 6

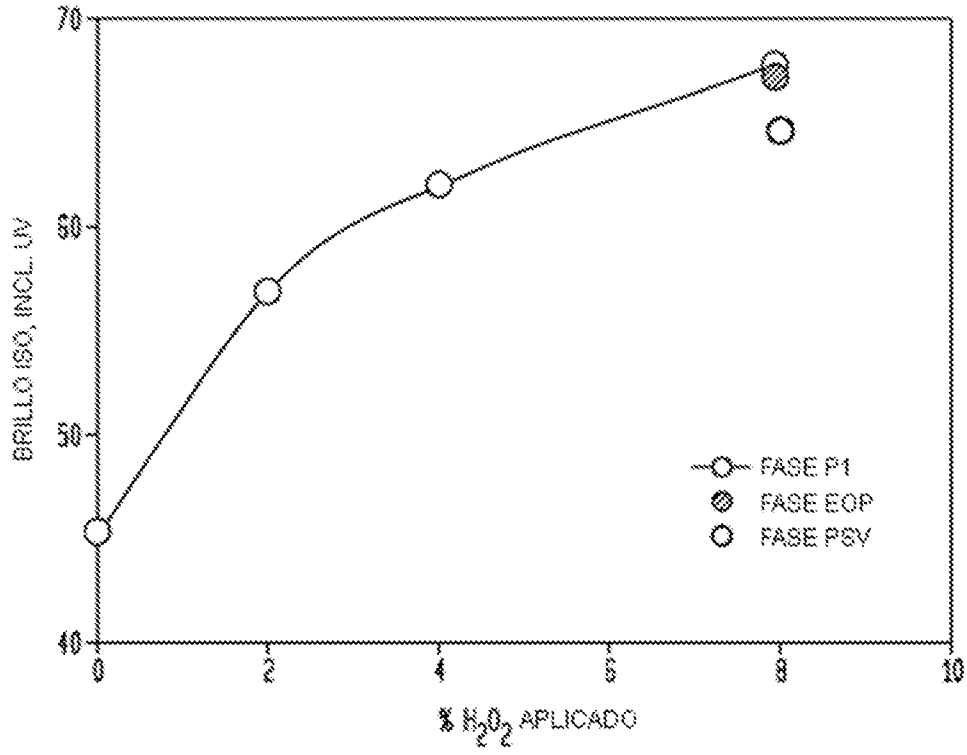


FIG. 7

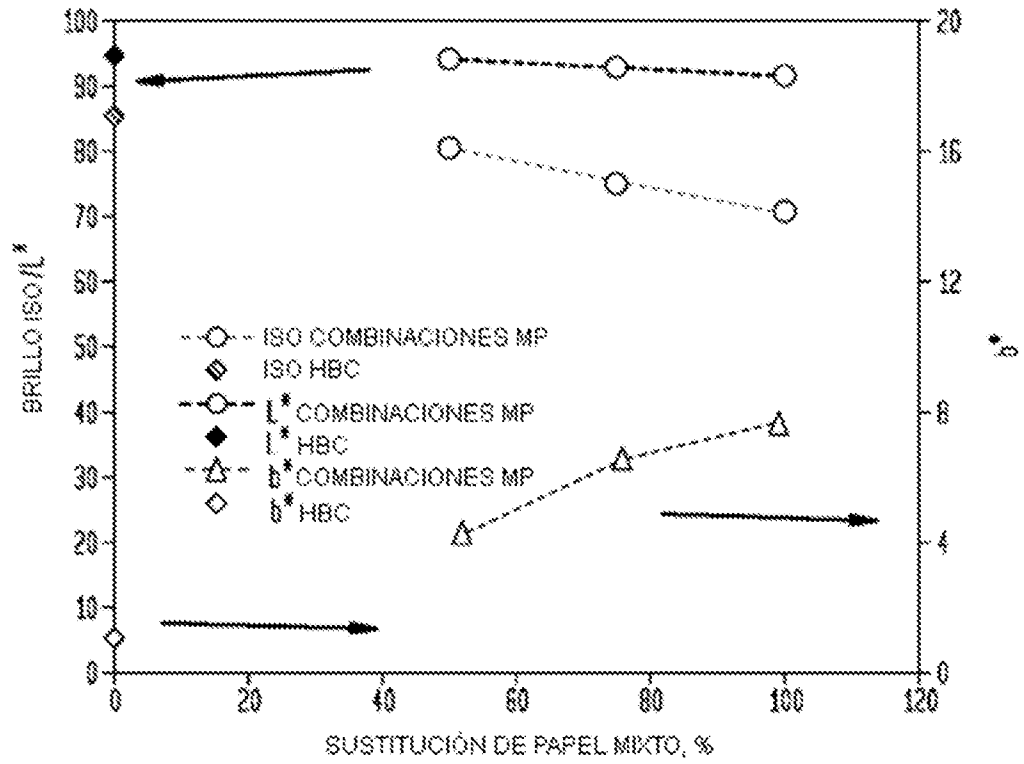


FIG. 8

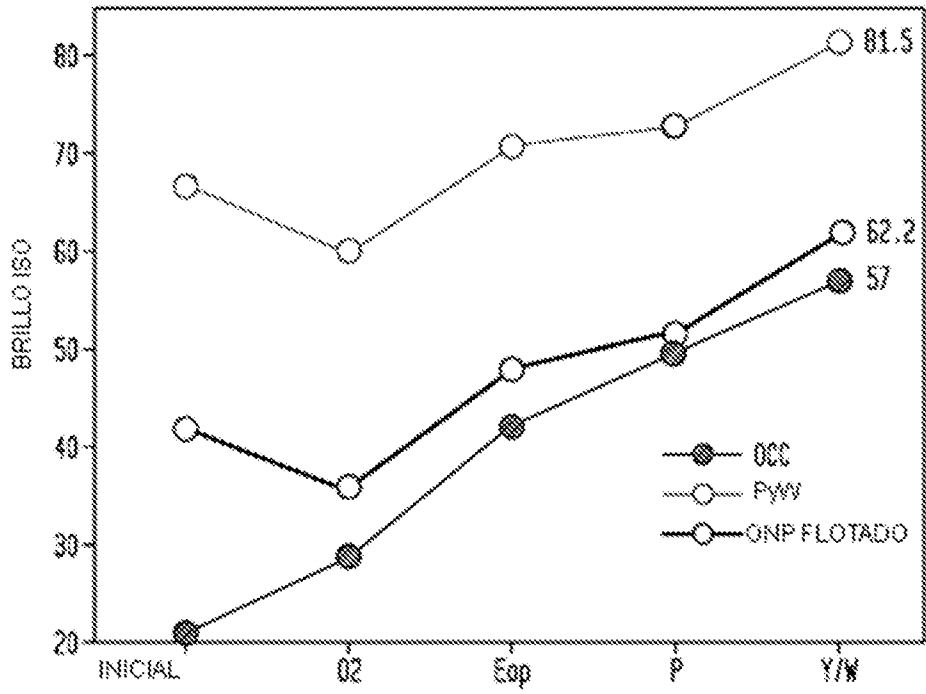


FIG. 9

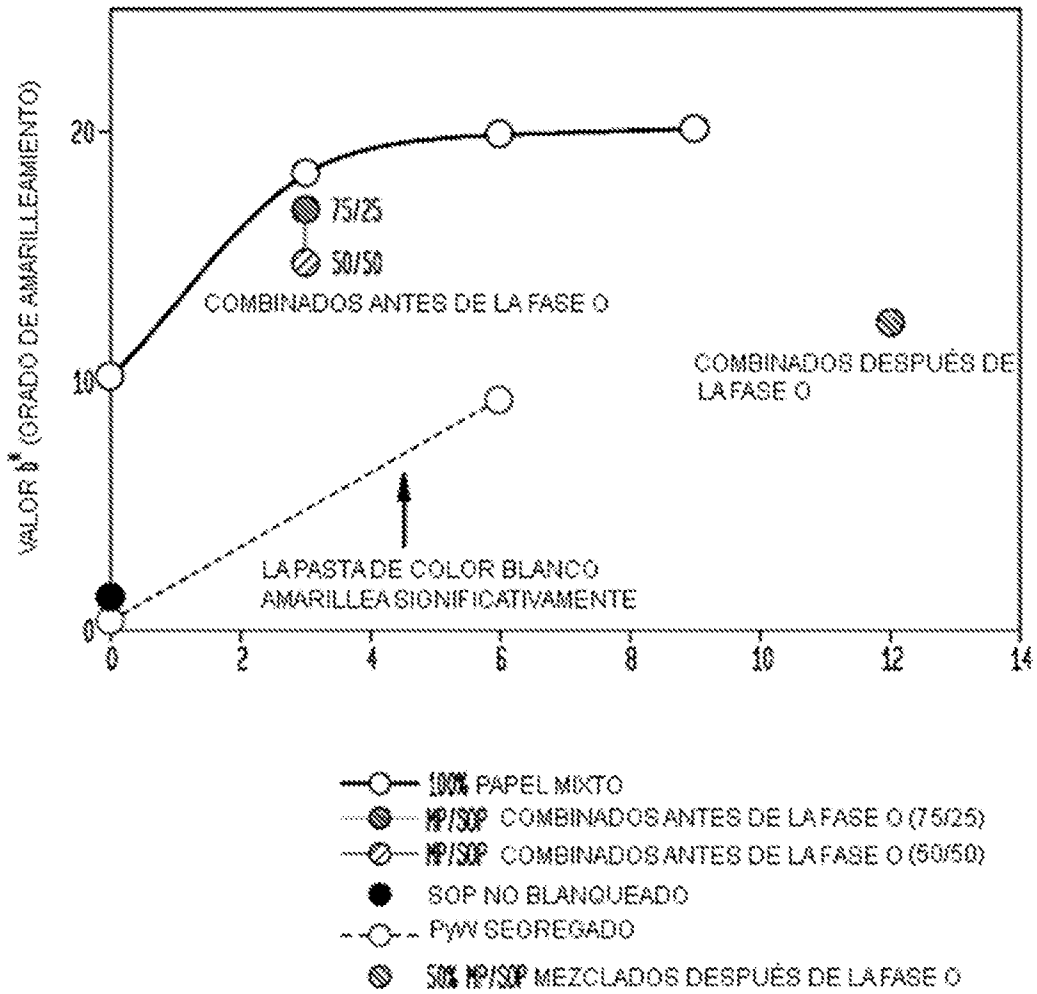


FIG. 10

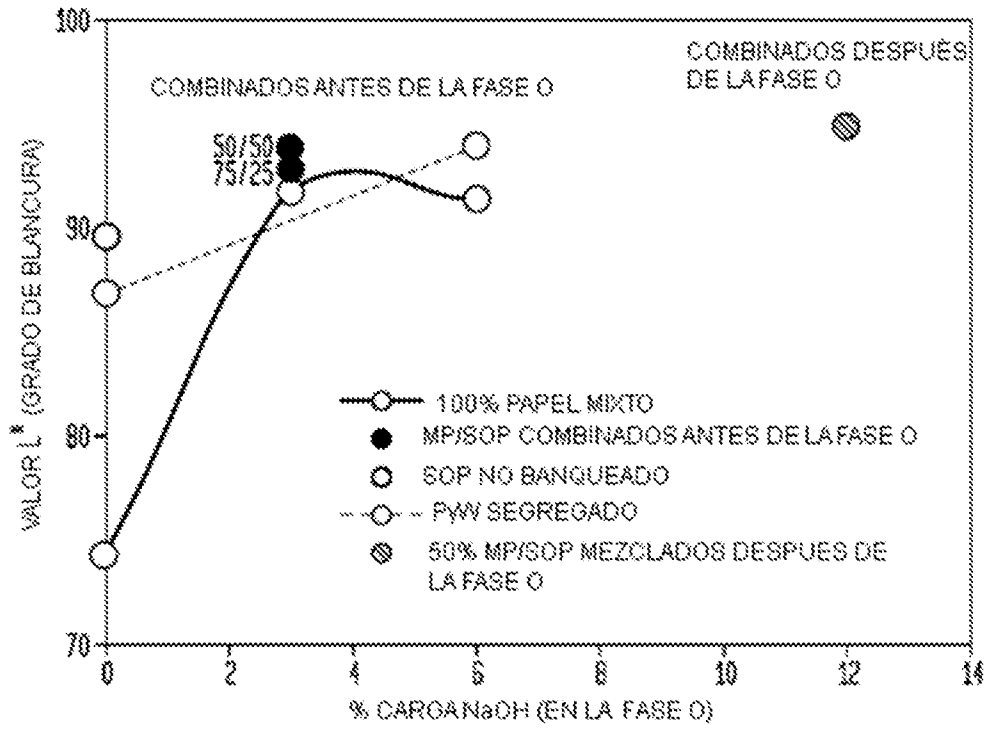


FIG. 11

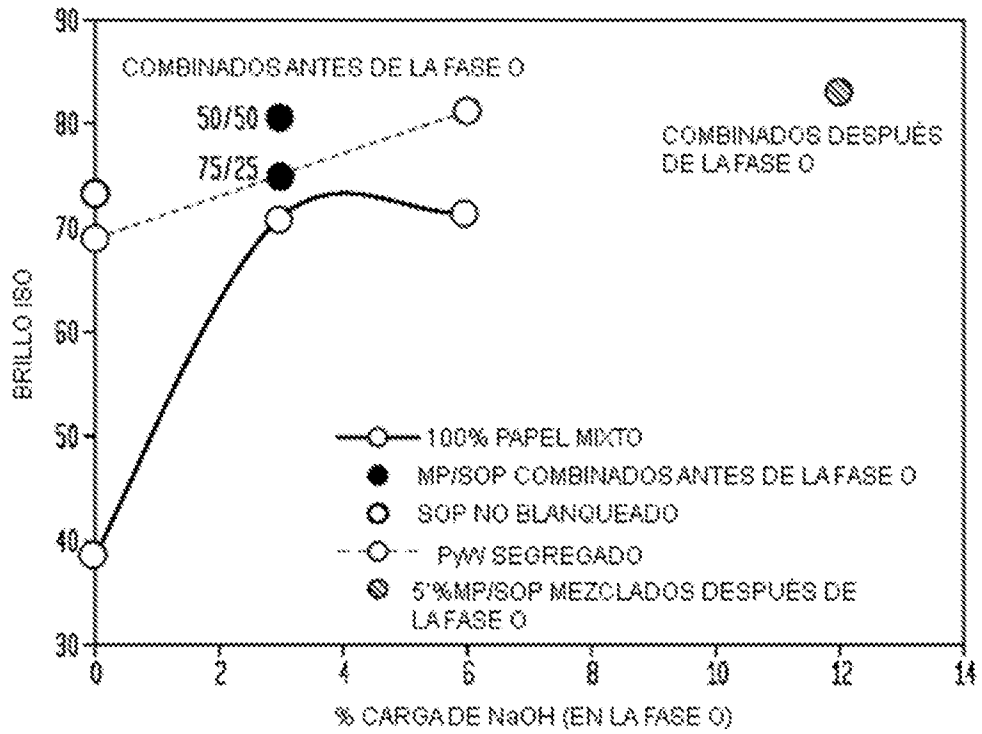


FIG. 12

