

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 020 733**

51 Int. Cl.:

D21C 1/02 (2006.01)

D21C 1/04 (2006.01)

D21C 3/24 (2006.01)

D21C 3/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.07.2018** **PCT/SE2018/050738**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.02.2019** **WO19039982**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.07.2018** **E 18847479 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.03.2025** **EP 3673110**

54 Título: **Proceso compacto perfeccionado para producir pasta prehidrolizada**

30 Prioridad:

25.08.2017 SE 1751023

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.05.2025

73 Titular/es:

VALMET AB (100.00%)
851 94 Sundsvall, SE

72 Inventor/es:

WILGOTSON, FREDRIK y
ANTONSSON, STEFAN

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 3 020 733 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

Proceso compacto perfeccionado para producir pasta prehidrolizada

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un proceso para la producción de pasta en el que la hemicelulosa se hidroliza para dar un hidrolizado y la lignina se disuelve mediante un método de cocción kraft para liberar fibras de celulosa. Aún más en particular, la presente invención se refiere a un proceso para la producción de una pasta que tiene un alto contenido de alfa celulosa y que puede venderse como pasta para disolver.

Antecedentes de la invención

Tradicionalmente, existen básicamente dos procesos para la producción de pastas especiales que tienen un alto contenido de alfa celulosa. Éstos incluyen la cocción ácida con sulfito y la prehidrólisis-cocción con sulfato (kraft). El primero se desarrolló a finales del siglo XIX y el segundo en la década de 1930, véase, por ejemplo, Rydholm, S. E., *Pulping Processes*, pág. 649 a 672, Interscience Publishers, Nueva York, 1968. La idea básica en ambos procesos es eliminar la mayor cantidad posible de hemicelulosa de las fibras de celulosa en relación con la deslignificación, para obtener un alto contenido de alfa celulosa, es decir, cadenas poliméricas que tienen un grado de polimerización relativamente alto y moléculas de hemicelulosa no cortas con una estructura molecular injertada al azar. En el proceso tradicional con sulfito, la eliminación de las hemicelulosas tiene lugar durante la cocción, simultáneamente con la disolución de la lignina. Las condiciones de cocción en ese caso son muy ácidas, y la temperatura oscila entre 140 °C y 150 °C, de modo que se promueva la hidrólisis. El resultado, sin embargo, es siempre un compromiso con la deslignificación. Un inconveniente es la disminución del grado de polimerización de la alfa celulosa y las pérdidas de rendimiento, que también limitan el potencial de hidrólisis. Por tanto, se han sugerido diferentes perfeccionamientos, tal como la modificación de las condiciones de cocción, e incluso una etapa de prehidrólisis seguida de una etapa de cocción con sulfito alcalino. El principal obstáculo en relación con los procesos de reducción a pasta con sulfitos son los complicados y costosos procesos de recuperación de los productos químicos de cocción.

Una etapa separada de prehidrólisis permite el ajuste deseado de la hidrólisis de las hemicelulosas variando las condiciones de hidrólisis. En el proceso de prehidrólisis-cocción kraft, la deslignificación a granel no se lleva a cabo hasta una etapa separada de cocción alcalina, aunque algunos manuales indican que en la prehidrólisis pueden disolverse hasta 30 kg de lignina por tonelada de madera (es decir, una pequeña parte del contenido total de lignina, ya que 30 kg por tonelada de madera corresponden a aproximadamente el 3 % del material de madera). Las condiciones para la prehidrólisis suelen establecerse mediante calentamiento en una fase de vapor caliente o entorno líquido de agua caliente, donde la acidez natural de la madera liberada suele reducir el pH hasta aproximadamente 3,5, más a menudo denominado autohidrólisis. A veces también podría añadirse ácido adicional y un catalizador. La etapa de deslignificación posterior ha sido un método convencional de cocción kraft, donde se ha añadido licor blanco al digestor.

Se han divulgado varios procesos de prehidrólisis-cocción kraft y esta tecnología estuvo muy presente a finales de la década de los 60 y principios de la década de los 70. En la publicación temprana "Continuous Pulping Processes" de Sven Rydholm, 1970, se describen las experiencias de "Continuous Prehydrolysis-kraft Pulping" en las páginas 105-119. En la página 106, Figura 8.1, se divulga un sistema de cocción continua de dos recipientes con una primera torre de prehidrólisis de flujo ascendente seguida de un digestor de cocción kraft convencional de flujo descendente, en el que la torre de flujo ascendente experimentó graves depósitos de brea en los filtros de extracción, que se obstruyeron tras sólo 3-6 días de funcionamiento. Otro sistema se divulga en la página 107, Figura 8.2, con un sistema de digestor continuo hidráulico de un recipiente con una primera zona de prehidrólisis superior y una zona de cocción kraft alcalina inferior, estando separadas ambas zonas por una sección de colador. Sin embargo, también en este diseño de un solo recipiente, los coladores estaban sometidos a graves depósitos de brea y obstrucciones. El problema de la brea también se trasladó al sistema de alimentación de virutas, lo que hizo necesaria una carga de álcali en el alimentador de alta presión para evitar la deposición de brea en el alimentador de alta presión.

En el documento US 8.734.610 se divulga un sistema de digestor de dos recipientes, donde la hidrólisis ácida se establece en una mitad superior de un primer recipiente de prehidrólisis, seguido de una fase de lavado con agua en contracorriente con alguna adición de álcali. Este sistema tiene un diseño similar al antiguo sistema de digestor de Varkaus (Finlandia) que tenía los problemas inherentes de la brea en la sección de criba que termina la zona de hidrólisis, y este sistema sólo podía funcionar en campañas cortas con producción de pasta disolvente, maximizándose dicha campaña hasta aproximadamente dos semanas como máximo, requiriendo un cambio de producción al proceso estándar de reducción a pasta kraft después de estas dos semanas. El antiguo sistema de Varkaus se describe detalladamente en el documento US 4.436.586 (1984).

Este problema de la brea se ha observado en casi todas las instalaciones de sistemas de cocción continua utilizados para la reducción a pasta por prehidrólisis-kraft. Esto provoca perturbaciones en la producción y variaciones en la calidad de la pasta. Por otro lado, la falta de una zona de prehidrólisis bien definida en instalaciones continuas anteriores ha provocado variaciones en el grado de hidrolización, lo que, a su vez, provocaba variaciones inaceptables

en la calidad del producto final.

Cuando la reducción a pasta por prehidrólisis-kraft se aplica en sistemas discontinuos, el problema de la brea se resuelve parcialmente gracias a que los coladores del digestor discontinuo pasan de extraer prehidrolizado ácido a licor de cocción alcalino y, posteriormente, licor negro. El volumen de hidrolizado ácido extraído tras una prehidrólisis en fase de vapor es también relativamente pequeño en volumen total, por lo que la exposición en coladores es limitada. Estas últimas etapas alcalinas también disolverán y lavarán entonces los depósitos de brea de tal manera que no se acumulen con el tiempo. Esto no es posible conseguirlo en sistemas continuos, ya que los coladores están situados en una posición de proceso estacionaria donde las condiciones químicas (como de pH, contenido de brea, etc.) no cambian.

En el documento US 5.589.033 se divulga un proceso discontinuo para pasta kraft prehidrolizada vendido por Valmet, a menudo en relación con la cocción de Superbatch™. Se trata de una etapa de prehidrólisis en caliente a 170 °C en una fase de vapor gaseoso terminada por una etapa de neutralización en caliente a 155 °C utilizando álcali calentado y con una duración de sólo 15 minutos (tal como se muestra en el Ejemplo 3). Esta neutralización va seguida de una etapa de tratamiento con licor negro caliente a 148 °C durante 20 minutos y, por último, la pasta se cuece en una etapa de cocción kraft a 160 °C durante 54 minutos. En este caso, el grado de hidrolización podría controlarse de manera adecuada controlando la duración de cada etapa. Como la etapa de hidrólisis se realiza en fase de vapor, puede obtenerse la siguiente neutralización y alcalinización del material de madera de forma bastante rápida y completa, ya que el material de madera se ha vaporizado a alta temperatura en una fase de vapor, permitiendo que el álcali penetre en el material de madera por difusión. Sin embargo, este tipo de zona de transición bien definida entre la prehidrólisis en una fase de vapor y la neutralización no es favorable en un sistema continuo donde se supone que el material de madera fluye a través de las torres de reacción en un flujo tipo pistón. Por consiguiente, en cambio, la hidrólisis se realiza con mayor frecuencia en una etapa llena de líquido al menos en las partes finales.

Hoy en día, la pasta para disolver para tales usos finales como la hilatura de fibras (rayón/lyocell) se considera un método opcional para producir materiales textiles que tienen menor impacto medioambiental en comparación con la producción de materiales textiles de algodón. El interés por pasta para disolver aumenta en los años en que la producción de algodón es baja debido a las malas cosechas. La pasta para disolver es también un producto base para diferentes aditivos y agentes de consistencia y materiales de relleno en el cordón de neumáticos y carcasas, éter y esponjas, nitrocelulosa y acetato. Por consiguiente, las pastas para disolver pueden ser un producto alternativo en lugar de la pasta para la fabricación habitual de pasta de papel.

Una implementación común en la mayoría de los procesos de prehidrólisis-cocción kraft es que la etapa de prehidrólisis se ha terminado mediante la retirada del prehidrolizado, bien en forma de un prehidrolizado ácido puro, bien en forma de prehidrolizado neutralizado. Como se ha indicado anteriormente cualquier colador en tal posición de proceso estaría sometido a depósitos de brea, tanto cuando el prehidrolizado se mantiene en su nivel de pH más bajo como si el prehidrolizado se extrae en una posición de transición donde la suspensión de virutas pasa de ácida a alcalina.

En el documento WO 2012/158075 (Metso Paper Sweden que ahora es Valmet AB) se divulga un proceso compacto alternativo para producir pasta para disolver utilizando un proceso de prehidrólisis y cocción kraft. En este proceso se añade una carga de álcali más frío a la suspensión celulósica hidrolizada que contiene todos los hidratos de carbono disueltos, cuya carga acaba rápidamente con las condiciones del proceso para la hidrólisis. En una primera realización se propone un diseño de tres recipientes, donde se establece un proceso de extracción alcalina intermedio tras el primer recipiente de hidrólisis, permitiendo una extracción adicional tanto de la hemicelulosa como de la lignina de la suspensión celulósica hidrolizada. En una segunda realización se propone un diseño de dos recipientes donde la carga de álcali más frío se añade al extremo del primer recipiente de hidrólisis, y se realiza una primera extracción para la recuperación en una sección de tamiz del digestor.

El documento US 2012/158075 A1 se refiere a un proceso compacto perfeccionado para producir pasta para disolver en un proceso de prehidrólisis y cocción kraft. Para evitar problemas de la brea con los tamices de extracción bloqueados y obtener un final distinto de la etapa de prehidrólisis, así como una impregnación alcalina completa antes de la etapa de cocción kraft, se carga álcali a la mezcla de material prehidrolizado en tal medida que la concentración residual de álcali tras la neutralización del hidrolizado ácido sea superior a 20 g/l de EA como NaOH y la temperatura del licor de tratamiento alcalino resultante para el material prehidrolizado se reduzca al menos un 10 % en comparación con la temperatura en la etapa de prehidrólisis. La carga de álcali evitará la redeposición de las hemicelulosas disueltas en la etapa de prehidrólisis y cambiará bruscamente la mezcla de material de madera a condiciones alcalinas favorables para una etapa de impregnación de álcali a temperatura reducida antes de la etapa final de cocción kraft, etapa de impregnación que extraerá la mayor parte del contenido en hemicelulosas del material celulósico.

El documento US 2012/211183 A1 se refiere a la disolución de pasta mediante cocción y en particular con prehidrólisis y cocción kraft de virutas de madera. El sistema de cocción de pasta incluye un recipiente de prehidrólisis y un sistema de transferencia que tiene múltiples puntos de extracción para eliminar los productos de hidrólisis a medida que los productos se forman en el recipiente y el sistema de transferencia.

Sumario de la invención

Con la experiencia de las soluciones de proceso sugeridas en el documento WO 2012158075 se ha desarrollado un perfeccionamiento y simplificación del proceso de prehidrólisis-kraft. Sorprendentemente se ha descubierto que el proceso de neutralización después de la hidrólisis no necesita cambiar a una concentración extrema de álcali por encima de 20 g/l, y no es necesario implementar un recipiente intermedio para la extracción prolongada de álcali.

El concepto inventivo se basa en una alcalinización moderada de la suspensión celulósica hidrolizada y en la utilización de los efectos de mezclado de los componentes del proceso en el sistema de transferencia a un digestor posterior antes de una primera extracción de líquido de hidrólisis en un separador superior y dentro de un plazo muy breve inferior a 10 minutos tras la adición de álcali.

De acuerdo con la invención, tal como se define en la presente reivindicación 1, estos y otros objetivos se han logrado ahora mediante un proceso para la preparación de pasta a partir de material celulósico que contiene lignina, que comprende prehidrolizar dicho material celulósico en una etapa de prehidrólisis a una temperatura de entre aproximadamente 120 °C y 180 °C y durante al menos 20 minutos, para producir un material celulósico prehidrolizado y un hidrolizado ácido. Añadir una carga de álcali neutralizante a la mezcla de material celulósico prehidrolizado e hidrolizado ácido en tal medida que la concentración de álcali directamente después de la carga de álcali esté entre 5-10 g/l de EA como NaOH formando de este modo una suspensión neutralizada que contiene el material celulósico hidrolizado y el hidrolizado, manteniendo la suspensión neutralizada durante un breve periodo de tiempo que no supera 10 minutos en el estado neutralizado mientras se somete la suspensión neutralizada a agitación mecánica, por ejemplo mediante al menos un rascador de fondo (BS), de modo que los hidratos de carbono disueltos, así como cualquier lignina disuelta en la etapa de prehidrólisis, se mantengan disueltos durante esta etapa de neutralización. A continuación transferir la suspensión neutralizada directamente a una etapa de cocción kraft utilizando una circulación de transferencia con una línea de alimentación a la parte superior de un digestor de cocción kraft que tiene un separador superior que extrae el licor de tratamiento neutralizado y envía el licor de tratamiento neutralizado extraído al menos en parte de vuelta al inicio de la circulación de transferencia, y en donde al menos 0,3 m³/BDT de madera se extrae del licor de tratamiento neutralizado extraído y se envía (por ejemplo, directamente) a recuperación. Preferentemente se extrae al menos 0,3 m³/BDT de madera, pero pueden extraerse hasta 0,5-2 m³/BDT de madera.

Con esta implementación se obtienen varias ventajas, tales como:

- carga de álcali minimizada y ningún riesgo de consumo de álcali de mayor orden durante el corto tiempo de retención en el sistema de transferencia (normalmente menos de 2-3 minutos);
- los depósitos de brea y las obstrucciones en el tamiz de separador superior se impiden mediante el efecto de mezclado completo del álcali añadido mediante agitación mecánica, por ejemplo mediante un rascador de fondo, una bomba potencial en la línea de transferencia y/o el tornillo separador superior; y
- el proceso puede implementarse fácilmente con una inversión rentable en un sencillo sistema de prehidrólisis y kraft de dos recipientes.

En una realización preferida del proceso inventivo, la suspensión neutralizada se mantiene durante un breve periodo de tiempo que no supera 5 minutos, preferentemente en el intervalo de 1-2 minutos, en el estado neutralizado mientras se somete la suspensión neutralizada a agitación mecánica antes de la extracción del separador superior.

De acuerdo con una realización preferida del proceso inventivo, la carga de álcali neutralizante puede contener al menos uno de licor blanco fresco, licor negro extraído de un digestor, o licor de lavado alcalino procedente de un digestor posterior o de un preblanqueo alcalino.

Como el orden de alcalinidad que debe establecerse es relativamente modesto, es decir, 5-10 g/l de EA como NaOH, que está al nivel de los niveles convencionales de álcali residual en el licor negro extraído de un digestor, normalmente situado en aproximadamente 8 g/l, y enviado a recuperación, pueden utilizarse preferentemente filtrados de cocción o de lavado extraídos como líquidos neutralizantes, y el licor blanco, más caro, puede utilizarse en volúmenes cargados más bien pequeños en la etapa de neutralización.

Aún en una realización preferente, la carga de álcali neutralizante puede añadirse en tal cantidad y a tal temperatura que la temperatura resultante de la suspensión neutralizada se reduzca al menos un 10 % en comparación con la temperatura en la etapa de prehidrólisis, preferentemente al menos 12 °C si la temperatura de prehidrólisis es de aproximadamente 120 °C, y al menos 18 °C si la temperatura de prehidrólisis es de aproximadamente 180 °C. Una reducción sustancial de la temperatura finalizará de manera efectiva la prehidrólisis del material celulósico, junto con el cambio a condiciones alcalinas moderadas, es decir, 5-10 g/l. Preferentemente, la temperatura resultante es la misma que la temperatura que se establecerá en el digestor posterior, reduciendo la necesidad de añadir vapor a la parte superior del digestor para el calentamiento.

Si la etapa de neutralización se mantiene corta, es decir, menos de 10 minutos, esto implica también que la concentración de álcali establecida no puede someterse a ningún orden mayor de consumo de álcali durante los procesos de reacción de deslignificación, que constituye la cimentación misma para mantener la alcalinización en la neutralización a un nivel moderado y no arriesgarse a que la concentración baje tanto que se formen depósitos de

brea en los tamices en la extracción posterior.

En una realización adicional, también pueden añadirse licores alcalinos adicionales a la línea de alimentación antes del separador superior, dichos licores alcalinos adicionales añadidos en una cantidad suficiente para establecer una relación L/W suficiente para mantener la capacidad de extracción en el separador superior y un alto volumen de extracción enviado a recuperación en la línea de retorno desde el separador superior, evitando de este modo el taponamiento del separador superior. Se ha visto en varios digestores que el separador superior debe funcionar con un cierto desbordamiento de licor, como alto grado de drenaje del líquido en el compartimento de extracción, bajando el nivel del líquido, puede drenar excesivamente el tapón de material celulósico y, por tanto, formar un tapón que puede activar el tope de sobrecarga en el accionamiento del motor del separador superior. Si se añade líquido adicional a la línea de alimentación, se puede controlar rápidamente el desbordamiento de líquido del separador superior y mantener alta la capacidad de extracción.

Además, en aún otra realización, la suspensión después de la adición de carga de álcali neutralizante también puede someterse a agitación mecánica primero desde un rascador de fondo y finalmente desde un separador superior que tiene un tornillo de alimentación que barre sobre tamices de extracción. Estos componentes añaden un efecto de mezclado a la suspensión neutralizada y garantizan que la concentración de álcali se establezca de forma uniforme en todo el volumen de la suspensión neutralizada, reduciendo así los depósitos de breas que se forman en el tamiz separador superior. Con el fin de añadir un efecto de mezclado adicional, la suspensión después de la adición de carga de álcali neutralizante también puede someterse a agitación mecánica desde una bomba ubicada en la línea de alimentación a la parte superior de un digestor de cocción kraft. En algunos sistemas, esta bomba puede descartarse, ya que la presión en la salida del recipiente de prehidrólisis suele ser suficiente para establecer un flujo en la línea de alimentación.

El proceso inventivo puede implementarse en cualquier tipo de etapa de prehidrólisis, tal como una donde la acidificación de dicha prehidrólisis se establece únicamente por calentamiento con vapor y opcionalmente añadiendo agua, y sin añadir ningún acidificante externo, utilizando únicamente la acidez de la madera liberada durante el calentamiento con vapor alcanzando un nivel de pH inferior a 5 durante la prehidrólisis. También puede implementarse en una donde la acidificación de dicha prehidrólisis se establece en una fase llena de líquido en donde la acidificación de dicha prehidrólisis se establece por calentamiento y adición de acidificantes externos, alcanzando un nivel de pH inferior a 3 durante la prehidrólisis establecida en una fase llena de líquido.

Finalmente, el proceso inventivo puede implementarse en un sistema de digestor continuo utilizando un recipiente para la prehidrólisis y un recipiente para una etapa de preextracción alcalina y la etapa de cocción kraft.

Los materiales celulósicos que contienen lignina que se van a usar en el presente proceso son adecuadamente de madera blanda, madera dura o plantas anuales. De acuerdo con la presente invención, se puede obtener pasta por prehidrólisis-kraft con un alto rendimiento de alfa celulosa con un alto grado de polimerización.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una representación esquemática del proceso de prehidrólisis-cocción kraft de acuerdo con el documento US 5.589.033;
la Figura 2 es una representación esquemática del proceso de prehidrólisis-cocción kraft de acuerdo con el documento WO 2012158075;
la Figura 3 es una representación esquemática de un proceso de cocción de acuerdo con la invención; y
la Figura 4 muestra la configuración principal de un sistema de cocción continua que utiliza el proceso inventivo, utilizando en el presente documento una torre de prehidrólisis y un recipiente posterior para el tratamiento alcalino y la cocción.

Descripción detallada de la invención

A modo de comparación, en la Figura 1 se muestran las etapas de cocción del documento US 5.589.033. Las virutas se tratan primero en la etapa de prehidrólisis Pr, donde las virutas se calientan con vapor a 170 °C durante 25 minutos. A continuación se añade licor blanco calentado para establecer una etapa de neutralización Ne, y el prehidrolizado ácido RECAc se extrae del proceso. La etapa de neutralización se establece a 155 °C durante 15 minutos. Aunque se caliente el licor blanco, la temperatura disminuye aproximadamente un 8 %. Después de la etapa de neutralización, el líquido de neutralización se desplaza añadiendo licor negro caliente BL_{CALIENTE}, y esto establece una etapa de impregnación con licor negro alcalino BL mantenida a 148 °C durante 20 minutos. A continuación, se extrae el licor negro y se añade una nueva carga de licor blanco antes de la siguiente etapa de cocción Co, que se mantiene a 160 °C durante 54 minutos. En sistemas comerciales de cocción discontinua como Superbatch™ vendido por Valmet, el licor blanco utilizado se calienta tanto en un intercambio de calor con licor de cocción usado caliente como con vapor para no mantener la temperatura a un nivel alto, antes de usarlo como líquido neutralizante.

La Figura 2 muestra las etapas de cocción del documento WO 2012158075. En este caso se muestra una primera etapa de vaporización ST para las virutas, pero esta etapa puede evitarse si la prehidrólisis posterior se implementa

en una fase de vapor. Las virutas se tratan después en la etapa de prehidrólisis Pr, donde las virutas se calientan mediante vapor a una temperatura de entre aproximadamente 120 °C y 180 °C y durante al menos 20 minutos, para producir un material celulósico prehidrolizado y un hidrolizado ácido. La adición de líquido, tal como agua H₂O, es una opción, que puede preferirse si se busca una prehidrólisis líquida, por ejemplo, en un sistema de cocción continua.

5 Otra opción es añadir un acidificante Ac, si se busca una temperatura más baja en la prehidrólisis.

En la Figura 3 se muestran en cambio las etapas de proceso básicas de la presente invención. Como en la Figura 2, se muestra una primera etapa de vaporización ST para las virutas, pero esta etapa puede evitarse si la prehidrólisis posterior se implementa en una fase de vapor. Las virutas se tratan después en la etapa de prehidrólisis Pr, donde las virutas se calientan mediante vapor a una temperatura de entre aproximadamente 120 °C y 180 °C y durante al menos 20 minutos, para producir un material celulósico prehidrolizado y un hidrolizado ácido. La adición de líquido, tal como agua H₂O, es una opción, que puede preferirse si se busca una prehidrólisis líquida, por ejemplo, en un sistema de cocción continua. Otra opción es añadir un acidificante Ac si se busca una temperatura más baja en la prehidrólisis.

10 El enfoque novedoso divulgado en esta figura es el uso de la circulación de transferencia Tr como la posición para la primera extracción de materia disuelta desde la etapa de hidrólisis. El tiempo de permanencia de la suspensión hidrolizada en la circulación de transferencia es normalmente en el intervalo de 1-3 minutos, y muy por debajo de 10 minutos. Directamente antes de la circulación de transferencia se añade una carga de álcali moderada AL a la suspensión hidrolizada. De acuerdo con el proceso inventivo es un final distinto de la prehidrólisis implementada mediante la adición de una carga de álcali moderada AL con un volumen y a una temperatura que reducirá la

20 temperatura del material celulósico en al menos un 10 % en comparación con la temperatura en la etapa de prehidrólisis, preferentemente al menos 12 °C si la temperatura de prehidrólisis es de aproximadamente 120 °C y al menos 18 °C si la temperatura de prehidrólisis es de aproximadamente 180 °C. Esto establecerá un licor de tratamiento alcalino que después de esta carga establece una concentración de álcali efectiva en el intervalo de 5-10 g/l de EA como NaOH. Después, la suspensión neutralizada se extrae dentro de un periodo corto de tiempo inferior a 10 minutos

25 y preferentemente en el intervalo de 1-3 minutos mientras se ha sometido a efectos de mezclado mecánico de al menos un rascador de fondo y un tornillo de separador superior.

El breve tiempo de retención en el sistema de transferencia Tr garantiza que no se establezca un consumo importante de álcali, que es la base para mantener la carga del álcali a un nivel relativamente modesto. La carga de álcali fresco, es decir, normalmente en forma de licor blanco concentrado procedente directamente de la preparación de licor blanco en la zona de caustificación, puede así reducirse y, en cierta medida, sustituirse por filtrados alcalinos procedentes de flujos de lavado marrón (lavado directamente después del digestor o después de una primera etapa de deslignificación por oxígeno) o de extracción de licor negro procedentes del digestor.

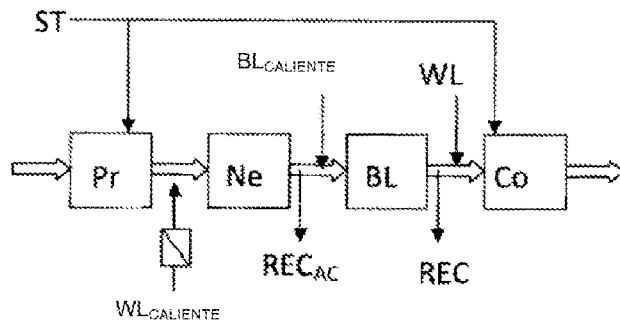
35 A continuación, el material celulósico se transfiere desde el sistema de transferencia a una etapa de cocción kraft Co. La cocción kraft puede implementarse en cualquier tipo de método conocido de cocción kraft de cocción continua tal como, cocción compacta, cocción Lo-Solids, cocción ITC, cocción MCC, cocción EAPC como ejemplos. La cocción kraft se completa a continuación con una fase de lavado Wa, que puede implementarse en cualquier tipo de equipo de lavado conocido, tal como una zona de lavado a contracorriente en el fondo de un digestor o usando un lavado con difusor de presión 40, prensa de lavado o lavado con filtro después de la cocción.

En la Figura 4 se ha divulgado un sistema de cocción continua de dos recipientes para prehidrólisis y cocción, en donde se implementa el proceso inventivo. Las virutas se alimentan primero en un depósito de virutas 1 y posterior recipiente de vaporización 2 durante la adición de vapor ST para purgar las virutas del aire ligado. Del recipiente de vaporización, las virutas vaporizadas caen en una canaleta llena de líquido situada encima de un alimentador de esclusa de alta presión 3, que presuriza las virutas vaporizadas y alimenta la suspensión de virutas formada en un flujo de alimentación 4 al recipiente de prehidrólisis 10. En este caso, el recipiente de prehidrólisis está en forma de digestor de fase vapor-líquido que tiene un separador superior invertido 11 que extrae una parte del líquido de transporte desde la línea 4 de vuelta al inicio de la alimentación a través de A. Como se ha indicado, el vapor ST se añade a la parte superior del recipiente 10, y opcionalmente también puede añadirse ácido desde la fuente Ac. En el fondo del recipiente de prehidrólisis 10 se añade la carga de álcali moderada desde cualquier fuente adecuada, tal como las extracciones de licor negro extraído del digestor, REC2 y REC4, así como filtrado de lavado alcalino (REC3) procedente de un lavado con difusor de presión 40 ubicado directamente después del digestor. La adición de la carga de álcali moderada se realiza mezclando el álcali con el flujo de retorno B. La suspensión neutralizada se alimenta en

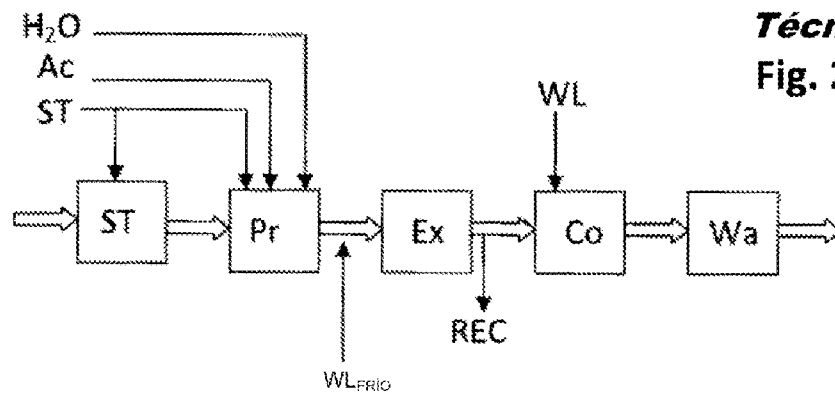
45 la línea 14 a un digestor de fase vapor-líquido 30, y el exceso de fluido de transporte se extrae mediante un separador superior invertido 31 y se envía a B, que se añade al fondo del recipiente de prehidrólisis 10 como parte de la circulación de transferencia. Desde el flujo de retorno se puede extraer una parte sustancial del licor de neutralización. La cocción kraft se establece en el digestor 30 y finalmente la pasta prehidrolizada y cocida se lava en un difusor de presión 40.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de pasta a partir de material celulósico que contiene lignina, que comprende prehidrolizar dicho material celulósico en una etapa de prehidrólisis a una temperatura de entre 120 °C y 180 °C y durante al menos 20 minutos para producir un material celulósico prehidrolizado y un hidrolizado ácido, **caracterizado por** añadir una carga de álcali neutralizante al material celulósico prehidrolizado e hidrolizado ácido en tal medida que la concentración de álcali directamente después de la carga de álcali está entre 5-10 g/l de EA como NaOH formando de este modo una suspensión neutralizada que contiene el material celulósico hidrolizado y el hidrolizado, manteniendo la suspensión neutralizada durante un breve periodo de tiempo que no supera 10 minutos en el estado neutralizado mientras se somete la suspensión neutralizada a agitación mecánica, de modo que los hidratos de carbono disueltos, así como cualquier lignina disuelta en la etapa de prehidrólisis, se mantienen disueltos durante esta etapa de neutralización, a continuación transferir la suspensión neutralizada directamente a una etapa de cocción kraft utilizando una circulación de transferencia con una línea de alimentación a la parte superior de un digestor de cocción kraft que tiene un separador superior que extrae el licor de tratamiento neutralizado y envía el licor de tratamiento neutralizado extraído al menos en parte de vuelta al inicio de la circulación de transferencia, y en donde al menos 0,3 m³/BDT de madera se extrae del licor de tratamiento neutralizado extraído y se envía a recuperación.
2. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por** que la suspensión neutralizada se mantiene durante un breve tiempo que no supera 5 minutos, preferentemente en el intervalo de 1-2 minutos, en el estado neutralizado mientras se somete la suspensión neutralizada a agitación mecánica antes de la extracción del separador superior.
3. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por** que la carga de álcali neutralizante contiene al menos uno de licor blanco (WL) fresco, licor negro extraído de un digestor (REC2, REC4), o licor de lavado alcalino (REC3) procedente de un digestor posterior o de un preblanqueo alcalino.
4. El proceso de la reivindicación 3, **caracterizado por** que la carga de álcali neutralizante se añade en tal cantidad y a tal temperatura que la temperatura resultante de la suspensión neutralizada se reduce al menos un 10 % en comparación con la temperatura en la etapa de prehidrólisis, preferentemente al menos 12 °C si la temperatura de prehidrólisis es de 120 °C y al menos 18 °C si la temperatura de prehidrólisis es de 180 °C.
5. El proceso de la reivindicación 4, **caracterizado por** que la temperatura resultante es la misma que la temperatura que se establecerá en el digestor posterior, reduciendo la necesidad de añadir vapor a la parte superior del digestor para el calentamiento.
6. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por** que se añaden licores alcalinos adicionales a la línea de retorno desde el separador superior, dichos licores alcalinos adicionales añadidos en una cantidad suficiente para establecer una relación L/W sobre el separador superior de al menos 2,0 m³/Bdt de madera incluso a elevados flujos de extracción desde la línea de retorno de transferencia para evitar el taponamiento del separador superior.
7. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por** que la suspensión después de la adición de la carga de álcali neutralizante se somete a agitación mecánica desde un rascador de fondo (BS).
8. El proceso de la reivindicación 7, **caracterizado por** que la suspensión después de la adición de carga de álcali neutralizante se somete a agitación mecánica primero desde un rascador de fondo (BS) y finalmente desde un separador superior (31) que tiene un tornillo de alimentación que barre sobre tamices de extracción.
9. El proceso de la reivindicación 8, **caracterizado por** que la suspensión después de la adición de carga de álcali neutralizante se somete también a agitación mecánica desde una bomba (P) ubicada en la línea de alimentación (14) hacia la parte superior de un digestor de cocción kraft (30).
10. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por** que la acidificación de dicha prehidrólisis se establece únicamente por calentamiento con vapor y opcionalmente añadiendo agua, y sin añadir ningún acidificante externo, utilizando únicamente la acidez de la madera liberada durante el calentamiento con vapor alcanzando un nivel de pH inferior a 5 durante la prehidrólisis.
11. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por** que la acidificación de dicha prehidrólisis se establece en una fase llena de líquido, en donde la acidificación de dicha prehidrólisis se establece por calentamiento y adición de acidificantes externos, alcanzando un nivel de pH inferior a 3 durante la prehidrólisis establecida en una fase llena de líquido.
12. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por** que el proceso se implementa en un sistema de digestor continuo utilizando un recipiente (10) para la prehidrólisis y un recipiente (30) para una etapa de preextracción alcalina y la etapa de cocción kraft.



Técnica Anterior
Fig. 1



Técnica Anterior
Fig. 2

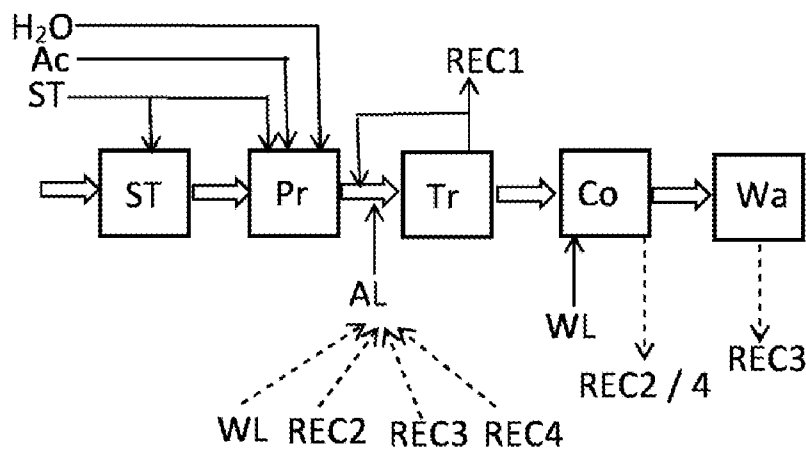


Fig. 3

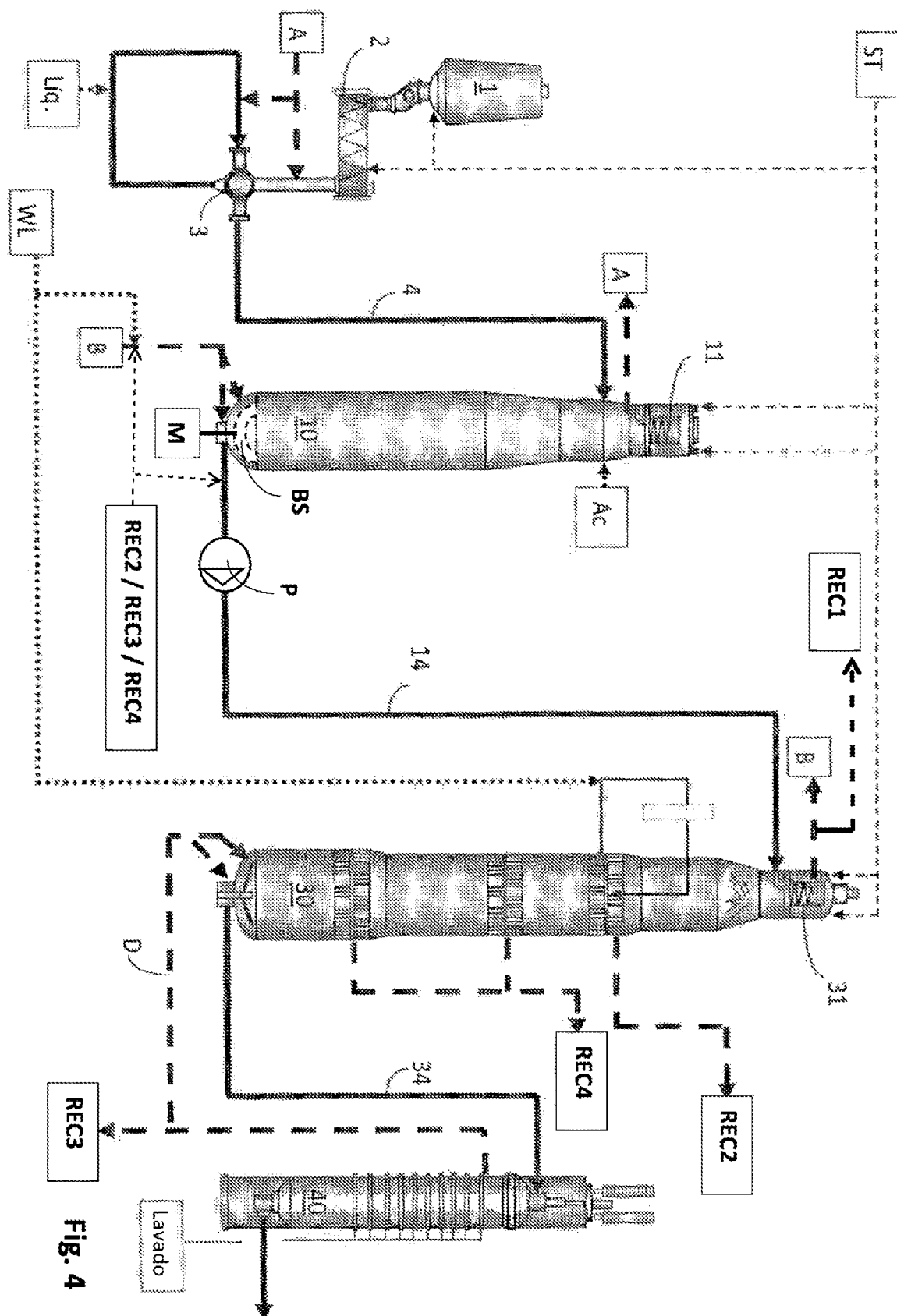


Fig. 4