



(22) Data de Depósito: 22/04/2010
(43) Data da Publicação: 22/03/2011
(RPI 2098)



(51) Int.Cl.:
D21C 1/00
D21C 3/00

(72) Inventor(es): Namhee Shin



PI1001050-5

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "PRÉ-
TRATAMENTO DA SOLUÇÃO VERDE DE MATERIAL
LIGNOCELULÓSICO".

Este Pedido de Patente reivindica o privilégio de prioridade para
5 o Pedido de Patente U.S. Nº 61/171.109, depositado em 21 de abril de 2009,
cujo conteúdo é aqui incorporado em sua totalidade.

Antecedentes da Invenção

A presente invenção, de modo geral, refere-se à impregnação de
material lignocelulósico e ao cozimento do material lignocelulósico
10 impregnado em um processo kraft contínuo de produção de celulose.

Foram feitas propostas anteriores para usar solução negra,
verde e/ou branca como uma solução para impregnação durante o
tratamento de material lignocelulósico, que inclui, por exemplo, cavacos de
madeira mole e de madeira dura. Vide, por exemplo, a Patente U.S. Nº
15 5.674.359; a Patente U.S. Nº 3.520.773; a Patente U.S. Nº 1.691.511; a EP
0 810 321 B1; Svedman *et al.*, *The Use of Green Liquor And Its Derivatives
in Improving Kraft Pulping*, Tappi Journal Vol. 81, Nº 10, pp. 151-158
(Outubro de 1998); Ban *et al.*, *Low Capital, High Return Modifications to Kraft
Pulping Operations*, Tappi 2001 Pulping Conference; Ban *et al.*, *The
20 Relationship of Pretreatment Pulping Parameters With Respect to Selectivity:
Optimization of Green Liquor Pretreatment Conditions for Improved Kraft
Pulping*, Paperia ja Puu – Paper and Timber, Vol. 86, Nº 2, pp. 102-108
(2004); Ban *et al.*, *Fundamental Correlations Between Green Liquor (GL)
Pretreatment and Pulp Qualities*, 2002 Tappi Fall Conference & Trade Fair;
25 Ban *et al.*, *Kraft Green Liquor Pretreatment of Softwood Chips. Part II:
Chemical Effect of Pulp Carbohydrates*, Journal of Pulp and Paper Science,
Vol. 29, Nº 4, pp. 114-119 (Abril de 2003); Mao *et al.*, *Technical Evaluation of
a Hardwood Biorefinery Using the "Near-Neutral" Hemicellulose
Pre-Extraction Process*, 2007 AIChE Annual Meeting; Lucia *et al.*, *Green
30 Liquor Pretreatment of Chips Could Boost Kraft Pulping Efficiency*,
PaperAge, Nov/Dez de 2002, pp. 24-26.

Processos de impregnação em solução negra, por exemplo, são

descritos na Patente U.S. Nº 5.192.396 e na Patente U.S. Nº 5.346.591. Adicionalmente, a importância de alta sulfetação presente na solução negra e o seu uso em impregnação são descritos na Patente U.S. Nº 5.660.686.

Embora se saiba que a solução negra é útil, o seu uso pode
5 envolver algumas complicações. Uma tal complicação pode ser a variação no pH que ocorre resultante da precipitação indesejável de lignina. Outra é a simples presença de material na solução negra que pode ser prejudicial à qualidade da pasta e ao consumo de substância química. É sabido que a proporção de sulfeto de sódio para hidróxido de sódio pode ser importante
10 para se conseguir uma solução de alta sulfetação.

Propostas anteriores também incluíram o uso de solução verde como um meio de impregnação. Porém estas propostas envolvem processos em batelada ou requerem o uso de longos tempos de impregnação (por exemplo, muito mais longos do que 30 minutos), o que requer grandes e/ou
15 múltiplos recipientes para manter uma circulação constante de material em um processo comercial contínuo para obtenção de pasta de grau químico. Estas abordagens anteriores têm inconvenientes, por exemplo, em relação aos maiores custos de capital e custos de manutenção.

Foi descoberto que é vantajoso o uso de solução verde durante
20 um curto período de tempo como uma solução para impregnação. A solução verde tem as vantagens de conter os compostos de enxofre vantajosos presentes na solução negra sem a presença *et al.* compostos sólidos indesejáveis. Além disso, a proporção de sulfeto de sódio para hidróxido de sódio pode ser alta.

25 Sumário da Invenção

Em um aspecto, a invenção geralmente refere-se a um processo contínuo para a produção de uma pasta de grau químico, o processo compreendendo as etapas de: (a) tratamento com vapor d'água de material lignocelulósico durante um primeiro período de tempo entre 1 e 60 minutos;
30 (b) depois do tratamento com vapor d'água, impregnação do material lignocelulósico tratado com vapor d'água em um recipiente para impregnação com a solução verde durante um segundo período de tempo de

até 5 minutos e uma temperatura entre 110°C e 150°C e (c) depois da impregnação, cozimento contínuo do material lignocelulósico em um digestor para produzir uma pasta de grau químico.

Breve Descrição do Desenho

- 5 A figura 1 é uma representação esquemática de um sistema digestor com dois recipientes com impregnação.

Descrição Detalhada da Invenção

- Os termos "solução negra," "solução branca," e "solução verde" como usados de acordo com os seus significados comumente compreendidos na técnica de produção de celulose e de fabricação de papel. Por exemplo, solução negra pode, de modo geral, referir-se à solução extraída durante o pós cozimento da solução residual; solução branca pode, de modo geral, referir-se a uma mistura de hidróxido de sódio de hidrossulfeto de sódio e solução verde pode, de modo geral, referir-se à massa fundida inorgânica dissolvida proveniente da caldeira de recuperação. A solução verde pode incluir, por exemplo, sulfeto de sódio, carbonato de sódio e hidróxido de sódio.
- 10
- 15

- O material lignocelulósico usado neste processo pode geralmente ser cavacos de madeira das variedades de madeira mole ou de madeira dura ou de misturas das mesmas. Também é possível usar outros materiais celulósicos tais como palha, bagaço etc.
- 20

- A figura 1 ilustra esquematicamente um processo contínuo que envolve um sistema de dois recipientes com impregnação de solução verde em um recipiente para impregnação e cozimento em um digestor. Como exemplificado, o sistema pode incluir um alimentador 10 de alta pressão ou outro dispositivo de pressurização tal como uma bomba (ou pressão hidrostática) para elevar a pressão da suspensão de material lignocelulósico que alimenta um recipiente para impregnação 11, uma linha de entrada de alta pressão 12 que conduz ao topo 13 do recipiente para impregnação 11 e uma linha de retorno 17 que passa das telas de trás no topo do recipiente para impregnação 11 para o alimentador 10 de alta pressão ou para outra localização no sistema de alimentação.
- 25
- 30

O material lignocelulósico pré-tratado com vapor d'água (por exemplo, o material lignocelulósico tratado com vapor d'água à pressão atmosférica) pode ser alimentado ao alimentador 10 de alta pressão ou a outro dispositivo de pressurização. Alternativamente, o material lignocelulósico pode ser tratado com vapor d'água à alta pressão depois da transferência do alimentador 10 de alta pressão ou de outro dispositivo de pressurização antes de entrar no recipiente para impregnação 11 (ou mesmo em um estágio inicial do recipiente para impregnação 11). O tratamento com vapor d'água pode ocorrer a qualquer pressão assim como possivelmente a condições superaquecidas.

Soluções verde, branca e/ou negra podem ser adicionadas à linha 17 para causar impregnação, assim como a várias linhas de recirculação e sistemas associados com o digestor 30, que pode ser qualquer digestor adequado para cozimento do material lignocelulósico com a solução. A mistura (material lignocelulósico e solução) é alimentada pela linha 29 para o topo do digestor 30 e do lado do avesso das telas para o topo do digestor 30 o líquido é removido na linha 31, sendo aquecido pelos aquecedores 32.

O digestor 30 pode ser qualquer tipo de digestor convencional ou não-convencional, sem levar em conta se a fase é hidráulica ou a vapor. O recipiente para impregnação 11, além disso, pode compreender uma ou mais zonas de impregnação, por exemplo, duas zonas diferentes primeiro com uma zona a uma temperatura mais baixa e então uma zona a uma temperatura mais alta e possivelmente com um nível diferente de álcali eficaz em cada uma das zonas. Além disso, cada uma das duas ou mais zonas de impregnação pode envolver diferentes concentrações de solução verde, de solução branca e/ou de solução negra.

No processo de impregnação, o álcali difunde-se na parede de fibra. Isto abre a estrutura de madeira e talvez dissolva parcialmente uma parte da madeira durante o pré-tratamento. Esta impregnação pode durar um curto período de tempo (por exemplo, 1 minuto) ou um longo período de tempo (por exemplo, até várias horas). A temperatura de impregnação é de

aproximadamente 110°C - 150°C mais preferivelmente em torno de 120°C.

No recipiente para impregnação 11, a (s) zona (s) de impregnação pode estar na direção da corrente e/ou em contracorrente (em qualquer combinação ou permutação). Embora ilustrado como um recipiente para impregnação separado, fica entendido que sob algumas circunstâncias a impregnação pode ser no topo do digestor 30. De novo o digestor 30 pode ser qualquer tipo adequado usado na indústria de celulose e de papel.

Em uma modalidade, há um processo contínuo que usa a solução verde para produzir uma pasta. Este processo pode requerer menos substâncias químicas em comparação com os processos existentes. O processo pode, de modo geral, incluir estas etapas: (a) tratamento com vapor d'água do material lignocelulósico; (b) depois do tratamento com vapor d'água, impregnação do material lignocelulósico tratado com vapor d'água com solução verde em um recipiente para impregnação e (c) depois da impregnação, cozimento contínuo do material lignocelulósico sob condições convencionais, possivelmente com a adição de solução branca, para produzir uma pasta de grau químico.

Em algumas modalidades, pode ser possível que se tenha duas ou mais outras etapas de impregnação que envolvam solução verde, solução branca e/ou solução negra antes do cozimento contínuo do material lignocelulósico. De preferência, a solução verde é drenada e o material lignocelulósico impregnado é enviado imediatamente para o digestor para cozimento com a solução (por exemplo, solução branca) sem outra (s) etapa (s) de impregnação.

Na etapa (a), o material lignocelulósico - tais como, por exemplo, os cavacos de madeira macia ou de madeira dura - são tratados com vapor d'água (por exemplo, a uma temperatura de 100°C a 0,1 MPa (1 bar) durante um período de tempo de 1-60 minutos (e de preferência de em torno de 15 minutos) com vapor d'água na ausência de quaisquer produtos químicos adicionados (por exemplo, na ausência de solução branca, de solução negra ou de solução verde). Outras temperaturas e pressões (por exemplo, 0,6 MPa (6 bar) ou 1 MPa (10 bar) podem ser adequadas para a

etapa de tratamento com vapor d'água.

Na etapa (b), a impregnação ocorre durante um período de tempo de até 5 minutos (por exemplo, 1 minuto, 2 minutos ou 5 minutos) a altas pressões (por exemplo, 0,6 MPa (6 bar) ou 1 MPa (10 bar)). A impregnação pode ocorrer a uma temperatura de aproximadamente 110°C - 150°C, mais preferivelmente em torno de 120°C. Depois do tempo de contato desejado, a solução verde livre pode ser removida antes da etapa (c).

Usando-se o processo descrito acima, acredita-se que uma boa transferência de sulfetação para o material lignocelulósico proveniente da solução verde poderia ser conseguida no estágio de tratamento bem inicial e isto poderia manifestar-se com grandes vantagens para o processo completo de cozimento. É sabido que a transferência de sulfetação em um estágio inicial do processo contribui para melhorar as propriedades da mistura produzida em comparação com a transferência de sulfetação nos estágios posteriores do processo. Vide, por exemplo, a Patente U.S. Nº 5.660.686 de Henricson *et al.*

Pelos testes que usam o processo descrito (assim como um exemplo comparativo conduzido a 90 - 100°C) foi descoberto que a uma temperatura de impregnação de em torno de 120°C e entre 2 e 5 minutos de tempo de contato, o número kappa pode ter um impacto positivo de 2 unidades Kappa. Acredita-se que a pressão não seja um fator significativo, o que significa que, quando ocorreu a impregnação com a solução verde à mesma temperatura, porém a diferentes pressões, pode não ter havido vantagem conseguida por meio de variação da pressão.

Mantendo-se a temperatura de impregnação, foi explorado o efeito de tempo de contato. A solução verde foi deixada em contato com o material lignocelulósico durante três períodos de tempo específicos: 1 minuto, 2 minutos e 5 minutos. Embora houvesse uma diferença no número de Kappa quando o contato ocorria durante 1 minuto *versus* 2 minutos (o início em 2 minutos sendo mais favorável), não houve diferença significativa no número Kappa quando o contato ocorreu durante 5 minutos *versus* 2

minutos. Estes testes de tempo de contato podem indicar que a solução verde penetra rapidamente na parede do material lignocelulósico para encher o espaço vazio na parede do material lignocelulósico.

Este breve tempo de contato pode ser significativo, porque isto
5 pode ser responsável por existir uma condição de pH estável durante a impregnação. O breve tempo de contato da solução verde resulta em uma variação mínima no pH do material lignocelulósico e da mistura da solução verde antes que a solução verde possa ser retirada e substituída pela solução branca. O ambiente de pH relativamente estável pode resultar em
10 uma menor possibilidade de precipitação de lignina da lignina solúvel em ácido. A menor precipitação de lignina pode causar menos reações colaterais, tal como a condensação da lignina.

A vantagem da impregnação da solução verde de curta duração como descrito acima também pode incluir uma redução (por exemplo, de até
15 40%) no consumo da carga de Álcali Eficaz (EA) no processo de cozimento. Por exemplo, para se conseguir um número *Kappa 16* no processo sem carga verde podem ser necessários uns 18% de (EA). Usando-se um processo de solução verde descrito, um número de Kappa de 16 pode requerer uma variação de 10% de EA. Esta redução significativa na
20 quantidade de EA pode reduzir o tamanho da planta de caustificação assim como reduzir o tamanho das instalações do forno rotativo de cal. A redução nestas instalações (assim como a redução óbvia no tamanho do recipiente para impregnação) pode causar uma redução na energia global consumida no moinho assim como uma redução nos poluentes tal como dióxido de
25 carbono.

Embora a invenção tenha sido descrita em associação com o que é atualmente considerado como sendo a modalidade mais prática e preferida, deve ser entendido que a invenção não precisa estar limitada à modalidade descrita, porém, ao contrário; pretende-se que esta abranja
30 várias modificações e arranjos equivalentes incluídos no espírito e no escopo das reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo contínuo para produzir uma pasta de grau químico, o processo compreendendo as etapas de:

5 (a) tratamento do material lignocelulósico com vapor d'água durante um primeiro período de tempo de entre 1 e 60 minutos;

(b) depois do tratamento com vapor d'água, impregnação do material lignocelulósico tratado com vapor d'água em um recipiente para impregnação com solução verde durante um segundo período de tempo de até 5 minutos e a uma temperatura de entre 110°C e 150°C e

10 (c) depois da impregnação, cozimento contínuo do material lignocelulósico em um digestor para produzir uma pasta de grau químico.

2. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que o material lignocelulósico compreende cavacos de madeira.

3. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa (a) ocorre na presença de vapor d'água e na ausência de solução branca, de solução verde e de solução negra.

4. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que o primeiro período de tempo dura aproximadamente 15 minutos.

20 5. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa (a) ocorre à pressão atmosférica.

6. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa (a) ocorre a uma pressão de até 1 MPa (10 bar).

7. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa (b) ocorre durante um período de tempo de até 2 minutos.

25 8. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa (b) ocorre durante um período de tempo de até 1 minuto.

9. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa (b) ocorre a uma pressão de até 1 MPa (10 bar).

30 10. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa (b) ocorre a uma pressão de até 0,6 MPa (6 bar).

11. Processo contínuo de acordo com a reivindicação 1, que também compreende a etapa de remover solução verde livre entre a etapa (b) e a etapa (c).

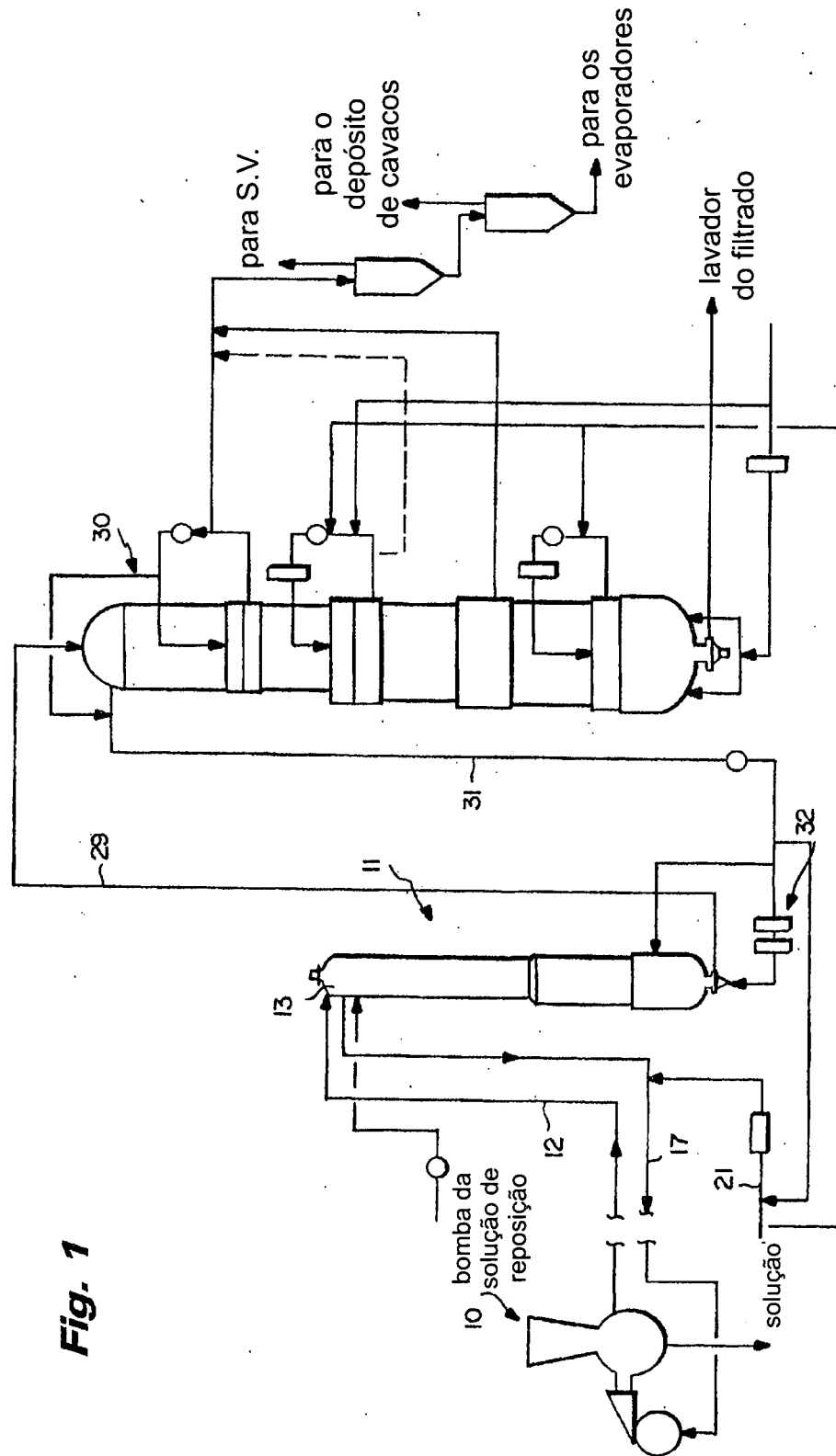


Fig. 1

B 1001050-5

RESUMO

Patente de Invenção: **"PRÉ-TRATAMENTO DA SOLUÇÃO VERDE DE MATERIAL LIGNOCELULÓSICO"**.

5 A presente invenção refere-se a um processo contínuo para a produção de uma pasta de grau químico, o processo compreendendo as etapas de:

10 (a) tratamento do material lignocelulósico com vapor d'água durante um primeiro período de tempo de entre 1 e 60 minutos; (b) depois do tratamento com vapor d'água, impregnação do material lignocelulósico tratado com vapor d'água em um recipiente para impregnação com solução verde durante um segundo período de tempo de até 5 minutos e a uma temperatura de entre 110°C e 150°C e (c) depois da impregnação, cozimento contínuo do material lignocelulósico em um digestor para produzir uma pasta de grau químico.