

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 928 806**

51 Int. Cl.:

C08B 15/06

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.05.2019** **PCT/FI2019/050394**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.11.2019** **WO19224429**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.05.2019** **E 19728102 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.07.2022** **EP 3797125**

54 Título: **Procedimiento de producción de carbamato de celulosa**

30 Prioridad:

22.05.2018 FI 20185472

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

22.11.2022

73 Titular/es:

**ANDRITZ OY (100.0%)
Tammasaarekatu 1
00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**KANTOLA, JUKKA;
RÄMARK, HANNU;
VALTA, KYÖSTI y
VANHATALO, KARI**

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 928 806 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de carbamato de celulosa

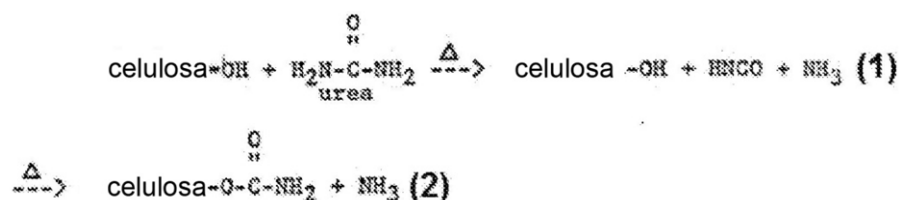
Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir carbamato de celulosa (CCA) que puede ser procesado posteriormente en productos de celulosa regenerados, tales como fibras, películas o esponjas, etc. Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento global para producir CCA a partir de celulosa microcristalina (MCC) de forma que los sistemas de la fábrica de pasta química, el vapor, el agua, la electricidad, los gases de combustión, el tratamiento de aguas residuales y las corrientes secundarias tanto de la producción de CCA como de la producción de MCC se utilizan para mejorar la eficiencia global de cada procedimiento, y se controlan los vertidos de compuestos nitrogenados en la producción de CCA.

Antecedentes de la invención

El carbamato de celulosa (CCA) es un derivado de la celulosa soluble en álcali inventado hace más de 80 años. Debido a sus propiedades de solubilidad en los álcalis, es una buena materia prima para los productos de celulosa regenerados. La celulosa en forma de carbamato también se menciona en la literatura con la abreviatura "CC" y los nombres "derivado ureico de la celulosa" y "aminometanato de celulosa".

El CCA se fabrica haciendo reaccionar celulosa con urea o un radical de urea a temperaturas elevadas. Normalmente se utiliza urea, que reacciona con la celulosa según las ecuaciones de reacción (1) y (2). En la reacción de carbamación, la urea comienza a descomponerse cuando la temperatura supera los 133°C, y se forman los productos intermedios ácido isocianico y amoníaco, ecuación de reacción (1). El ácido isocianico reacciona además con los grupos OH de la celulosa formando un grupo carbamato en la estructura de la celulosa (2)



El gas amoníaco, que se forma durante la carbamación de la celulosa, debe ser eliminado para evitar la saturación del lado del producto de la ecuación de reacción y para evitar que se detenga la carbamación.

Debido a la elevada temperatura, el agua se evapora y el CCA así formado está físicamente en forma sólida. Es un material estable que se puede almacenar y transportar. Estas propiedades lo convierten en un producto industrialmente viable.

El CCA puede fabricarse a partir de todo tipo de pastas químicas de celulosa, como la pasta kraft, la pasta kraft previa a la hidrólisis, la pasta de sosa-AQ, la pasta al sulfito, la pasta al sulfito neutro, la pasta al sulfito ácido o la pasta organosolvente. Las características comunes en las técnicas de carbamato existentes parten de un grado de disolución de la pasta papelera y del pretratamiento de la misma para activarla reduciendo el DP (grado de polimerización). Por lo general, la disminución del DP se realiza por mercerización, por enzimas, por radiación, por catalizadores y/o por medios mecánicos, como la molienda. La activación se realiza para mejorar el acceso químico dentro de la estructura de la macrofibra de celulosa y para intensificar más las etapas del procedimiento.

El documento US 2.134.825 divulga un procedimiento en el que la celulosa y la urea reaccionan a una temperatura elevada para formar un producto soluble en álcali. El documento US4404369 (FI 62318) divulga un procedimiento en el que se utiliza una solución de amoníaco con urea disuelta en ella y la celulosa y la urea reaccionan a temperaturas elevadas para formar un producto soluble en álcali. El documento WO03099872 divulga un procedimiento en el que la celulosa se activa primero con una mezcla de urea y álcali, tras lo cual el líquido se prensa y la reacción de carbamación se realiza a temperaturas elevadas utilizando un equipo de extrusión reactiva para formar un producto soluble en álcali. El documento WO2003064476 divulga un procedimiento de producción de CCA en el que se utiliza un equipo de procesamiento de alta consistencia, la celulosa se muele previamente antes de mezclarla con urea y una pequeña cantidad de peróxido, y la mezcla se hace reaccionar a temperaturas elevadas para formar un producto soluble en álcali. El documento DE4443547 divulga un procedimiento para la preparación de carbamato de celulosa hidrolizando primero la celulosa con ácido clorhídrico antes de la reacción de carbamación, tras lo cual se hace reaccionar con urea a temperaturas elevadas para formar un producto soluble en álcali.

La celulosa microcristalina (MCC) es un producto versátil con muchas aplicaciones industriales, incluyendo la farmacéutica y la alimentaria. También se utiliza, por ejemplo, en pinturas, perforaciones petrolíferas y productos cosméticos. La Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación y el Comité de Expertos

en Aditivos Alimentarios de la Organización Mundial de la Salud (JECFA) han emitido una definición oficial de la MCC¹.

La MCC es un producto de celulosa en forma de harina que puede fabricarse a partir de todo tipo de celulosas naturales. Normalmente se fabrica mediante la hidrólisis ácida de la celulosa. El documento WO 2011/154601 divulga un procedimiento en el que el material celulósico fibroso se somete a hidrólisis ácida para producir celulosa microcristalina. La temperatura es de al menos 140°C y la consistencia de al menos el 8% en peso seco de la celulosa. La cantidad de ácido es baja, del 0,2 al 2% sobre el peso seco de la celulosa. El documento WO2011/154600 divulga un procedimiento en el que el material celulósico fibroso se hidroliza con un ácido a una temperatura elevada para producir celulosa microcristalina. En este documento, la producción está integrada en la producción de una fábrica de pasta papelera de tal manera que al menos una parte de los productos químicos utilizados en la hidrólisis ácida es producida por un proceso integrado de recuperación química de la fábrica de pasta papelera.

Desde el punto de vista económico, los costes de producción tanto del CCA como de la MCC como planta autónoma son más elevados que cuando los procesos de fabricación se integran en una fábrica de pasta química porque, en el caso de la integración, se pueden utilizar todos los sistemas de utilidad del proceso (vapor, calor, electricidad, agua). Además, los flujos de residuos pueden tratarse en los sistemas de las fábricas de pasta papelera. En un sistema autónomo, el principal coste es el precio de la celulosa comercial en disolución. Una planta autónoma debe manejar todas las corrientes secundarias y los residuos de lavado y comprar toda la energía necesaria.

Una de las razones por las que la técnica del carbamato de celulosa no ha alcanzado el éxito comercial es el alto coste debido al precio de la celulosa en disolución, debido a las inversiones necesarias para su producción si se realiza en la planta de fibra de viscosa actual, donde también se realiza la carbamación. Y por último, desde el punto de vista de los productores de fibra, la celulosa en forma de carbamato no ha estado disponible en el mercado.

Una fábrica de pasta química es un sistema de proceso cerrado donde existe un equilibrio de ciertos elementos, sodio y azufre. Algunos elementos inorgánicos, como el cloro y el potasio, entran en los ciclos del proceso con las materias primas de la madera. Se eliminan cuando las cenizas volantes se retiran del balance del proceso. Debido al ciclo cerrado, es importante evitar o minimizar la presencia de elementos no relacionados con el proceso o de elementos totalmente nuevos en los ciclos del proceso de la fábrica de pasta papelera. La urea es necesaria cuando se produce el CCA, por lo que el nitrógeno es un nuevo insumo en el balance del proceso y, por lo tanto, es necesario minimizar la cantidad de nitrógeno.

Una parte importante de 99 millones de toneladas (62%) del mercado mundial de fibras se basa en materias primas no renovables y no biodegradables, conocidas como fibras textiles sintéticas; el 24,3% en algodón, que no es ecológico; y el 6,6% en viscosa, que se produce utilizando el peligroso producto químico CS₂ (disulfuro de carbono).

La viscosa es el procedimiento más utilizado para producir fibras regeneradas a base de celulosa, y el proceso de viscosa que utiliza CS₂ representa más del 90% del volumen total de fibras regeneradas. Hay otros procedimientos que se utilizan para productos, como el Lyocell, producidos con líquidos iónicos, que son más respetuosos con el medio ambiente, pero siguen siendo productos de nicho debido a sus costes y a los problemas de recuperación química.

Además, debido al uso de productos químicos nocivos y a los altos costes, la mayor parte de la industria de la viscosa se ha trasladado fuera de Europa. El mayor productor de viscosa del mundo es China, pero incluso allí, la industria está buscando soluciones para conseguir una viscosa más ecológica.

El CCA es una alternativa interesante desde el punto de vista de los actuales productores de fibra de viscosa debido a los pequeños cambios que se producen en una fábrica de viscosa al pasar a un procedimiento de carbamato. La mayor ventaja es que el producto químico CS₂, que es nocivo y tóxico, ya no se utiliza, por lo que los problemas de salud laboral son mucho menos cruciales. El sistema de hilatura puede estar totalmente abierto, sin emisiones de gas CS₂ nocivo y tóxico. Otra gran ventaja es la mayor capacidad de producción de hilatura con los equipos de hilatura actuales debido a la rápida velocidad de precipitación en comparación con la velocidad de coagulación de la viscosa.

La MCC es un material de partida ventajoso para los productos de CCA debido a su alta pureza y alta reactividad. La alta reactividad proviene de la pureza y, en este caso de integración, del estado nunca seco de la MCC antes de la carbamación. Los resultados de estas características son una alta sustitución y un bajo uso de la urea en la síntesis de la carbamación.

En vista de los procedimientos conocidos, existe la necesidad de desarrollar un concepto de procedimiento global, que incluya una fábrica de pasta química, procedimientos de fabricación de MCC y procedimientos de fabricación de CCA para producir CCA que se utilizará como materia prima para los productos de celulosa regenerados. Existe una necesidad particular de proporcionar una disposición respetuosa con el medio ambiente para controlar las emisiones nocivas y un nuevo elemento en el equilibrio del procedimiento del entorno de una fábrica de pasta química, el nitrógeno.

Descripción de la invención

La planta de CCA que produce CCA haciendo reaccionar MCC con urea a una temperatura elevada puede ser un departamento de procedimiento en una fábrica de pasta química. La planta de MCC que produce MCC por hidrólisis ácida a presión y temperatura elevadas para ser utilizada en la planta de CCA también puede ser un departamento de procedimiento en una fábrica de pasta química. De este modo, tanto las plantas de MCC como las de CCA se integran en una fábrica de pasta química.

La planta de CCA, que produce CCA haciendo reaccionar MCC con urea a una temperatura elevada, puede trabajar con cualquier procedimiento conocido que produzca carbamato de celulosa, pero es ventajoso utilizar un procedimiento que no utilice disolventes orgánicos u otros productos químicos ajenos al entorno de la fábrica de pasta química. Los procedimientos de producción de CCA que sólo utilizan urea, o urea e hidróxido y/o peróxido de sodio son los más adecuados, porque todos los residuos o subproductos químicos pueden utilizarse en la fábrica de pasta química.

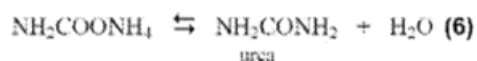
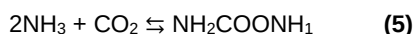
Una fábrica de pasta química proporciona a una planta de CCA los servicios de proceso, como vapor, electricidad y agua, que son necesarios para fabricar carbamato de celulosa. Una planta de MCC, que se integra en una fábrica de pasta química como se describe en la publicación WO2011/154600, suministra materia prima de MCC a una planta de CCA.

La planta de CCA puede crear flujos de residuos de:

- la reacción de carbamación del procedimiento de CCA (amoníaco)
- el lavado del procedimiento de CCA si es necesario el lavado del producto (urea sin reaccionar y subproductos de la carbamación)

La presente invención proporciona un procedimiento para controlar los vertidos de compuestos nitrogenados en la producción de carbamato de celulosa (CCA), procedimiento en el que se produce celulosa microcristalina a partir de pasta química producida en una fábrica de pasta papelera, de forma que la pasta química se somete a hidrólisis ácida a una temperatura elevada para formar celulosa microcristalina (MCC) e hidrolizado, y la MCC se hace reaccionar con urea para producir carbamato de celulosa por lo que se libera amoníaco. La producción de celulosa microcristalina y la producción de carbamato de celulosa están integradas en la fábrica de pasta papelera que tiene un sistema de gases de combustión, de manera que el dióxido de carbono de los gases de combustión reacciona con el amoníaco liberado para producir urea, que se utiliza en la producción de carbamato.

El gas amoníaco formado en la reacción de carbamación de la celulosa se convierte de nuevo en urea, para ser utilizado de nuevo en la carbamación para minimizar la entrada de productos químicos del procedimiento CCA, utilizando el CO₂, ecuaciones (5) y (6). Se puede tomar una corriente de CO₂ del sistema de gases de combustión de la fábrica de pasta química, especialmente del horno de cal, y conducirla a un reactor de carbamación de la planta de CCA, o a un procedimiento separado donde se fabrica urea y se reutiliza en el procedimiento de CCA.



La urea se produce por la reacción entre el amoníaco y el dióxido de carbono (CO₂). Se trata de un procedimiento de dos etapas, en el que el amoníaco y el dióxido de carbono reaccionan para formar carbamato de amonio, que luego se deshidrata hasta convertirse en urea. En el procedimiento de producción de urea, el amoníaco y el CO₂ se introducen en forma gaseosa. Ambos componentes se licúan en un condensador de alta presión y se conducen a un reactor de alta presión, donde se forma carbamato de amonio a una temperatura elevada, por ejemplo 180-190°C, ecuación de reacción (5). Esta reacción es rápida y exotérmica.

Una fuente ventajosa de dióxido de carbono son los gases de combustión de un horno de cal, en el que el lodo de cal (CaCO₃) se quema para obtener cal (CaO). La presión parcial de CO₂ de los gases de combustión del horno de cal es mayor que la de los gases de combustión de las calderas, como las calderas de recuperación y las calderas de energía, en la fábrica de pasta papelera, porque los gases de combustión del horno de cal incluyen CO₂ procedente de la combustión del combustible y también CO₂ de la reacción de calcinación.

El balance de nitrógeno puede controlarse aún más utilizando procedimientos adicionales, si es necesario. Los flujos de residuos que contienen compuestos nitrogenados, como la urea sin reaccionar, el amoníaco formado en la reacción de carbamación, la tiourea u otros subproductos de la reacción de carbamación, pueden ser conducidos total o parcialmente a una planta de tratamiento de aguas residuales de la fábrica de pasta química, donde actúan como fuente de nutrientes para los microorganismos, o a un sistema de digestión anaeróbica donde se produce biogás. Otra opción es conducir los flujos de residuos que contienen nitrógeno total o parcialmente a una planta de evaporación para producir fertilizantes secos. Especialmente en el caso del filtrado de lavado de CCA, el lavado se

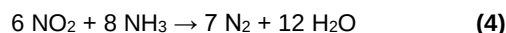
lleva ventajosamente a una etapa de lavado final del procedimiento de MCC, de la cual la MCC lavada pasa a una etapa de CCA. Con esta configuración del procedimiento, la cantidad de urea introducida en el procedimiento de CCA puede minimizarse utilizando los residuos que no han reaccionado.

5 Los flujos de residuos alcalinos de la planta de CCA, como las aguas residuales o el gas amoníaco, pueden ser procesados hacia la planta de MCC y utilizados allí para neutralizar

- hidrolizado ácido del reactor de MCC,
- filtrados de lavado ácidos de los lavadores,
- condensados ácidos del sistema de condensación, u
- otras corrientes del procedimiento ácidas.

10 Estos flujos de residuos neutralizados que contienen nitrógeno pueden además ser conducidos a una planta de tratamiento de aguas residuales de una fábrica de pasta química, donde actúan como fuente de nutrientes para los microorganismos, o a la digestión anaeróbica para producir biogás. Los mismos flujos ácidos de la planta de MCC también pueden ser conducidos a la planta de CCA, donde se realiza la misma neutralización y procesamiento.

15 El gas amoníaco formado (ecuación de reacción (1)) en una reacción de carbamación de celulosa puede utilizarse en los sistemas de gases de combustión de las fábricas de pasta papelera para minimizar la emisión de NOx, ecuación de reacción (3) y (4). El amoníaco puede estar en forma gaseosa o en forma de solución disuelta cuando se utiliza.



20 Se cree que las emisiones de dióxido de carbono contribuyen en gran medida al calentamiento global. Por lo tanto, es ventajoso capturar el CO₂ de los gases de combustión de la fábrica de pasta papelera y utilizarlo como materia prima para la urea.

25 La fábrica de pasta química produce material fibroso celulósico blanqueado para la planta de MCC, donde se produce la MCC. El material fibroso celulósico puede proceder de material vegetal de la madera, como de maderas blandas o duras. Una pasta química fibrosa celulósica puede ser pasta kraft, pasta kraft previa a la hidrólisis, pasta de sosa-AQ, pasta al sulfito, pasta al sulfito neutro, pasta al sulfito ácido o pasta organosolvente. También es posible utilizar material fibroso celulósico obtenido a partir de materiales vegetales lignocelulósicos no madereros, como algodón, hierba, bagazo, pajas de cultivos de cereales, lino, cáñamo, sisal, abacá o bambú.

Ejemplo de producción de CCA

30 La MCC fabricada a partir de pasta química según el procedimiento divulgado en los documentos WO 2011/154600 y WO 2011/154601 se carbamizó según el procedimiento divulgado en el documento WO2003064476 a diferentes niveles de contenido de nitrógeno (0,6%-1,3%) utilizando diversas concentraciones de urea.

35 En resumen, la pulpa Kraft de madera blanda blanqueada se hidrolizó en un reactor con ácido sulfúrico (H₂SO₄). Las circunstancias de la hidrólisis fueron: dosis de ácido del 1,5%, consistencia de la pulpa del 10%, tiempo de reacción de 30 minutos y temperatura de 160°C. Las MCC producidas se lavaron tres veces mediante lavado de espesamiento por dilución y finalmente se centrifugaron hasta alcanzar una consistencia del 45%. La carbamación se inició mediante la dosificación de urea a la MCC húmeda con un contenido de materia seca del 45%. Las dosis de urea fueron del 4 -10% sobre el contenido en seco de la MCC. A continuación, el material se homogeneizó en un compactador de cribado. La reacción se completó en un horno en el que el tiempo de retención y la temperatura fueron de 3,5 h y 135°C. Los CCA finales se lavaron y secaron. Los contenidos de nitrógeno y los DP de los carbamatos de celulosa producidos se muestran en la **Tabla 1**. La presencia de grupos carbamato, pico en el número de onda 1713 cm⁻¹, en diferentes muestras se muestra en los diagramas FTIR presentados en la **Figura 1**.

Tabla 1. Contenido de nitrógeno y grado de polimerización de los carbamatos de celulosa producidos.

Contenido de nitrógeno (%)		Grado de polimerización
Prueba 1	0,6	210
Prueba 2	0,9	210
Prueba 3	1,0	220
Prueba 4	1,3	215

La invención se describirá a continuación con más detalle haciendo referencia a los dibujos anexos, en los cuales

La **figura 1** muestra los espectros FTIR de los carbamatos de celulosa producidos. 1713 cm^{-1} expresa la presencia del grupo carbamato en la estructura de la celulosa.

La **figura 2** es una ilustración esquemática de la producción de CCA a partir de MCC mediante la integración de ambos procedimientos en una fábrica de pasta química.

Los números y letras de la FIG. 2 se refieren a los siguientes flujos y etapas de procesamiento:

A. Fábrica de pasta química

B. Planta de celulosa microcristalina (MCC)

C. Planta de carbamato de celulosa (CCA)

1. Materias primas, productos químicos y servicios de procedimiento necesarios para producir pasta química

2. Pasta química, productos químicos, como ácido sulfúrico, agua, vapor, electricidad

3. Celulosa microcristalina (MCC), corriente ácida (hidrolizado o filtrado) para neutralización

4. Carbamato de celulosa

5. Urea

6. Aguas residuales alcalinas/vapor a la neutralización o a la etapa de lavado final de la planta de MCC

7. Hidrolizado, filtrados ácidos, condensado, condensado limpio, nitrógeno que contiene el filtrado neutralizado de la planta de MCC a una planta de tratamiento de aguas residuales, o a una planta de digestión anaeróbica para la producción de biogás en la fábrica de pasta papelera

8. Vapor, agua, electricidad y CO_2 (recuperación de urea) de la fábrica de pasta papelera a la producción de CCA

9. Aguas residuales que contienen nitrógeno a una planta de tratamiento de aguas residuales o a una planta de digestión anaeróbica, amoníaco a sistemas de gases de combustión para reducir las emisiones de NO_x

10. Ácido fuerte, normalmente ácido sulfúrico, si es necesario

La materia prima, como las astillas de madera, y los productos químicos, típicamente los productos químicos de cocción, así como las utilidades del procedimiento, se introducen (línea 1) en una fábrica de pasta química A, donde la pasta química, típicamente pasta kraft, se produce de una manera conocida *per se*.

Una planta para la producción de celulosa microcristalina (MCC) está integrada a la fábrica de pasta papelera. La pasta química (línea 2), normalmente pasta kraft blanqueada, es conducida a la planta de MCC, donde se hidroliza en condiciones ácidas a una temperatura elevada. El ácido, normalmente ácido sulfúrico, necesario para la hidrólisis puede producirse utilizando compuestos de azufre recuperados de los gases de la producción de pasta papelera. De este modo, se puede reducir la necesidad de ácido sulfúrico fuerte. La celulosa microcristalina producida en la hidrólisis se lava y el hidrolizado ácido se elimina de la MCC.

Una planta para la producción de carbamato de celulosa (CCA) está integrada a la planta de MCC y a la fábrica de pasta papelera. El CCA se produce haciendo reaccionar la MCC con urea a una temperatura elevada. El contenido

- de materia seca de la MCC es de aproximadamente 40-70 %, y se mezcla eficazmente con la urea (a partir de la línea 5). A continuación, la reacción final de carbamación se lleva a cabo en un reactor de mezcla calentado por vapor a una temperatura de 130 -160 °C. En la reacción se genera amoníaco. Una pequeña parte de la urea no reacciona, y puede ser eliminada del producto CCA por lavado. El producto CCA se enfría, se lava y se seca, y luego se lleva a un procesamiento posterior (línea 4).
- El amoníaco liberado en el procedimiento de carbamación se depura del reactor con vapor y se utiliza para producir urea, que se recicla en el procedimiento de carbamación. La cantidad de urea suministrada desde una fuente externa a través de la línea 5 puede disminuirse produciendo urea internamente. Esto se lleva a cabo mediante la reacción del amoníaco con el dióxido de carbono de los gases de combustión de la fábrica de pasta papelera. Una fuente ventajosa de dióxido de carbono son los gases de combustión de un horno de cal, en el que el lodo de cal (CaCO_3) se quema para obtener cal (CaO). La planta de regeneración de urea forma parte preferentemente de la planta de CCA.
- El dióxido de carbono se captura preferentemente de los gases de combustión. Esto puede realizarse mediante procedimientos convencionales bien conocidos, como el procedimiento de absorción de monoetanolamina (MEA) y el procedimiento de adsorción por oscilación de presión (PSA).
- La producción de urea es un procedimiento de dos etapas en el que el amoníaco y el dióxido de carbono reaccionan para formar carbamato de amonio, que luego se deshidrata hasta convertirse en urea.
- El amoníaco y el CO_2 se introducen en forma gaseosa. Ambos componentes se licúan en un condensador de alta presión y se conducen a un reactor de alta presión donde se forma el carbamato de amonio a una temperatura elevada, por ejemplo 180-190 °C, ecuación de reacción (5). Esta reacción es rápida y exotérmica. La segunda reacción (6) es endotérmica y no llega a completarse. Se obtiene una solución que comprende urea y carbamato de amonio. El carbamato de amonio presente en la solución se descompone en CO_2 y NH_3 en una unidad de recuperación y se recicla al reactor de síntesis de urea. La solución del proceso de urea se conduce al reactor de carbamación.
- Los flujos de residuos (línea 9) que comprenden compuestos nitrogenados, como la urea sin reaccionar, pueden ser conducidos total o parcialmente a una planta de tratamiento de aguas residuales de la fábrica de pasta química. Estos flujos de residuos pueden, opcional o alternativamente, ser conducidos a una planta de evaporación y producir fertilizantes secos.
- Los flujos de residuos alcalinos (línea 6) de la planta de CCA, como las aguas residuales, pueden ser procesados hacia la planta de MCC y utilizados allí para neutralizar
- hidrolizado ácido del reactor de MCC,
 - filtrados de lavado ácido de los lavadores,
 - condensados ácidos del sistema de condensación, u
 - otras corrientes del procedimiento ácidas.
- Estos flujos de residuos neutralizados que contienen nitrógeno (línea 7) pueden ser conducidos a una planta de tratamiento de aguas residuales de una fábrica de pasta química, donde actúan como fuente de nutrientes para los microorganismos, o a la digestión anaeróbica para producir biogás. Los mismos flujos ácidos (línea 3) de la planta de MCC también pueden ser conducidos a la planta de CCA, donde se realiza la misma neutralización y procesamiento.
- El nuevo procedimiento proporciona una forma eficiente de utilizar el amoníaco y el dióxido de carbono disponibles y, por tanto, de controlar sus emisiones, en la planta integrada de CCA, de MCC y de la fábrica de pasta papelera.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para controlar los vertidos de compuestos nitrogenados en la producción de carbamato de celulosa (CCA), procedimiento en el que se produce celulosa microcristalina a partir de pasta química producida en una fábrica de pasta papelera, de manera que la pasta química se somete a hidrólisis ácida a una temperatura elevada para formar celulosa microcristalina (MCC) e hidrolizado, y
5 la MCC se hace reaccionar con urea para producir carbamato de celulosa, con lo que se libera amoníaco, y en el que la producción de celulosa microcristalina y la producción de carbamato de celulosa están integradas en la fábrica de pasta papelera que tiene un sistema de gases de combustión, de manera que el dióxido de carbono de los gases de combustión reacciona con el amoníaco liberado para producir urea, que se utiliza en la producción de carbamato.
10
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el dióxido de carbono se obtiene de los gases de combustión de un horno de cal.
3. 3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el amoníaco liberado o las aguas residuales que contienen amoníaco de la producción de carbamato se utilizan para neutralizar el hidrolizado y/o las aguas residuales ácidas de la producción de MCC.
15
4. Un procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que al menos una parte de las aguas residuales que contienen nitrógeno de la producción de CCA se conduce a una planta de evaporación y se concentra para producir fertilizantes nitrogenados secos.
5. Un procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que las aguas residuales que contienen nitrógeno procedentes de la producción de CCA se transportan a una planta de tratamiento de aguas residuales de la fábrica de pasta papelera para ser utilizadas como nutrientes.
20
6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que el hidrolizado o las aguas residuales ácidas de la producción de MCC se utilizan para neutralizar las aguas residuales de la producción de CCA.

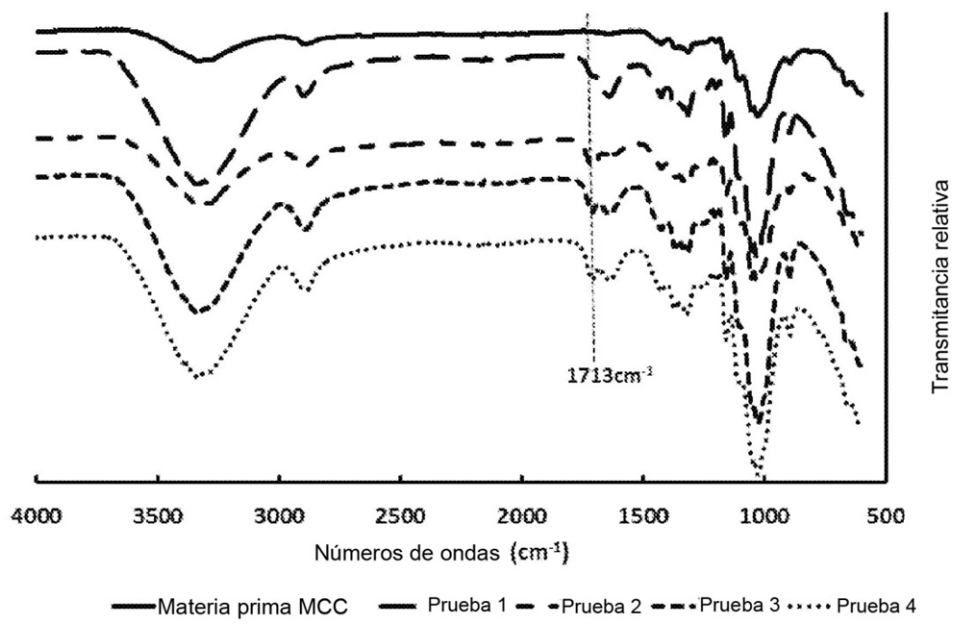


FIG. 1

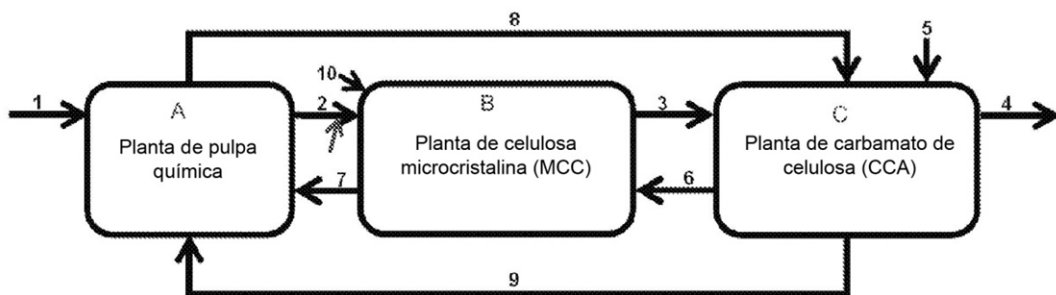


FIG. 2