

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 027 193**

51 Int. Cl.:

**D21C 9/10** (2006.01)

**D21C 5/00** (2006.01)

**D21H 17/21** (2006.01)

**D21H 21/10** (2006.01)

**D21H 21/18** (2006.01)

**D21C 3/02** (2006.01)

**D21H 11/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.12.2016** PCT/BR2016/050355

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.07.2017** WO17112995

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.12.2016** E 16880207 (2)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.03.2025** EP 3399100

54 Título: **Método de producción de pasta de celulosa, pasta de celulosa y utilización de la misma, papel**

30 Prioridad:

**29.12.2015 BR 102015329113**

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

**13.06.2025**

73 Titular/es:

**FIBRIA CELULOSE S.A. (100.00%)  
Rua Fidêncio Ramos 302 - 3º e 4º (Parte) Andares  
Edifício Vila Olímpia Corporate Torre B Vila  
Olímpia  
CEP: 04551-010 São Paulo - SP, BR**

72 Inventor/es:

**MAMBRIM FILHO, OTÁVIO y  
ALVES DE MELO, LEONARDO**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 3 027 193 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**

Método de producción de pasta de celulosa, pasta de celulosa y utilización de la misma, papel

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para la fabricación de pulpas de celulosa con una mayor calidad y aplicabilidad de dichas pulpas, especialmente sus propiedades de resistencia física y grado de resistencia al drenaje, a través de una etapa de tratamiento enzimático comprendida en el procedimiento de fabricación de dicha pulpa de celulosa, concomitantemente con la dosificación de polímero basada en carbohidratos.

Antecedentes de la invención

15 La calidad y las características finales de un papel están directamente asociadas al tipo de fibra de celulosa utilizada en su composición. En los últimos años se han llevado a cabo varios estudios para relacionar el impacto de los cambios en las características de las fibras de celulosa con las propiedades físico-mecánicas del papel. Entre estas características de las fibras de celulosa, su flexibilidad y su número de grupos carboxílicos se consideran importantes para el desarrollo de papel con resistencia física, sin comprometer su estructura.

Además de la preocupación por la calidad de la fibra y la mejora de sus características, la industria del papel y la pulpa se enfrenta a constantes desafíos para resolver los problemas relacionados con el elevado consumo de agua industrial en sus procedimientos, lo que se traduce en un elevado consumo de energía.

Los tratamientos enzimáticos descritos en el estado de la técnica se introdujeron en el procedimiento de fabricación de fibra de celulosa como una solución para promover la reducción del consumo de los productos químicos empleados en el procedimiento a través de su acción, y con ello, también para mejorar las características del efluente generado por el procedimiento. Otro resultado de la dosificación de enzimas en el procedimiento es la reducción del gasto energético.

En cuanto a las propiedades de resistencia física de las fibras de celulosa, se puede afirmar que están relacionadas con la cantidad de grupos carboxílicos presentes y con la flexibilidad de las fibras.

Cuanto mayor sea la cantidad de grupos carboxílicos presentes en las fibras y más flexibles sean estas fibras, mayor será la resistencia física, es decir, la tracción que se impartirá al papel fabricado a partir de ellas.

Esto se debe al aumento del área de contacto entre las fibras con estas características, lo que permite un crecimiento en el número de enlaces entre dichas fibras. Además, el aumento de grupos carboxílicos o ligandos permite la formación de un mayor número de enlaces de hidrógeno.

Algunos documentos del estado de la técnica también mencionan la diferenciación de las propiedades físicas de las fibras y del papel mediante la aplicación de enzimas en el procedimiento de fabricación. Sin embargo, según lo ya descrito en el estado de la técnica, el aumento de la resistencia física de la pulpa mediante el uso de enzimas a menudo compromete su drenaje. O incluso, cuando hay una mejora en la capacidad de drenaje de la fibra, hay un empeoramiento en su resistencia física.

El documento W02003/021033 describe un procedimiento para fabricar papel tisú en una máquina, donde el producto de papel contiene fibras de celulosa. Se lleva a cabo un tratamiento enzimático en las fibras de celulosa para aumentar el número de grupos aldehído reactivos en la superficie de dichas fibras. El tratamiento descrito en dicho documento consiste en mezclar una suspensión acuosa de fibras de celulosa con una o más enzimas hidrolíticas, opcionalmente en presencia de surfactantes, otras enzimas no celulasa/hemicelulasa o reactivos químicos no hidrolíticos, en los que los grupos aldehído se forman en la superficie de las fibras o en su proximidad. El uso de estas enzimas hidrolíticas, en particular las celulasas, es responsable de la degradación de la pared celular fibrosa, lo que perjudica las propiedades de resistencia a la tracción del papel.

Gonzales et al. (2013) describe un procedimiento de tratamiento enzimático de la pulpa combinado con la adición de celulosas nanofibriladas (NFC) que da como resultado la mejora de las propiedades físicas y mecánicas de una suspensión de pulpa utilizada en la fabricación de papel. Sin embargo, los resultados del estudio mostraron que no hubo aumento en el drenaje de la fibra.

Pommier et al. (1989) describen la acción enzimática sobre la pulpa de celulosa como un "efecto de pelado" y sugieren que las enzimas desfibrilan las fibras de celulosa eliminando moléculas con alta afinidad por el agua, pero con una pequeña contribución al potencial global de enlace de hidrógeno de las fibras. Esta reducción en las interacciones pulpa-agua permite un mayor drenaje de la pulpa. Sin embargo, conduce a una reducción en

la resistencia y longitud de la fibra, además de una producción excesiva de finos. Como consecuencia, la resistencia del papel se ve drásticamente afectada.

5 El documento WO00/68500 está relacionado con un procedimiento para fabricar materiales de papel como papel, cartulina, cartón o cartón corrugado con resistencia mejorada en húmedo.

10 El documento WO03/048449 se refiere a procedimientos de presencia de la pulpa blanqueadora que combinan enzimas xilanasas con peróxido de hidrógeno, perácidos o una combinación de ambos, en los que el peróxido de hidrógeno y los perácidos no destruyen la actividad de la xilanasas.

15 El documento WO94/20672 se refiere a un procedimiento para el blanqueo de pulpa de madera dura y blanda sin cloro ni derivados del cloro que proporciona una pulpa con alto brillo, buena resistencia física y un bajo grado de reversión del brillo.

20 El documento WO2013/090272 se refiere a procedimientos para reducir los efectos del lapeado en húmedo, el secado y la callosidad de las fibras de celulosa y, en consecuencia, para aumentar el drenaje de la pulpa y las propiedades de resistencia en la pulpa o el producto de papel final.

25 Si bien la realización de una etapa de tratamiento enzimático en el procedimiento de refinado de la celulosa es conocida por el estado de la técnica, es imprescindible desarrollar un procedimiento en el que la aplicación de la enzima dé como resultado un aumento del área de la superficie de la fibra de celulosa sin comprometer las propiedades físicas de la fibra tratada, y en el que la pulpa de celulosa obtenida presente una mayor tracción física y resistencia al desgarro y al menos el mantenimiento de su grado de resistencia al drenaje.

30 La presente invención tiene como objetivo proporcionar pulpas de celulosa con propiedades superficiales mejoradas, propiedades que también se observan en el papel fabricado a partir de dicha pulpa de celulosa.

Una primera realización de la presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar pulpa de celulosa a partir de materia prima celulósica mediante la dosificación de enzimas en determinadas concentraciones y en un paso del procedimiento.

#### Breve descripción de los dibujos

35 La figura 1 muestra un diagrama de flujo simplificado que muestra el paso de tratamiento enzimático concomitantemente con la dosificación de polímero a base de carbohidratos de acuerdo con una realización preferida de la invención.

40 La figura 2 muestra un gráfico que ilustra un aumento en el área superficial de la fibra con la dosificación de enzima.

45 La figura 3 muestra gráficos con datos de ensayo que confirman que el tratamiento enzimático puede alterar la reactividad de la superficie de las fibras, evaluada a través del potencial zeta

La figura 4 muestra un gráfico que ilustra el aumento del índice de tracción de la pulpa de la presente invención en comparación con la pulpa de referencia.

50 La figura 5 muestra un gráfico que ilustra el aumento del índice de rasgado de la pulpa de la presente invención en comparación con la pulpa de referencia.

55 La figura 6 muestra un gráfico que ilustra una comparación entre el grado de capacidad de drenaje de la pulpa de la presente invención y el de la pulpa de referencia.

La figura 7 muestra un gráfico que demuestra que el papel fabricado a partir de la pulpa de la presente invención reproduce los aumentos de resistencia a la tracción que exhibe la pulpa de la presente invención.

La figura 8 muestra la máquina piloto de fabricación de papel.

#### Descripción detallada de la invención

60 La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de pulpa de celulosa con una mayor calidad y aplicabilidad de dichas pulpas, especialmente sus propiedades de resistencia física, al menos el mantenimiento de su resistencia al drenaje, a través de una etapa de tratamiento enzimático, concomitantemente con la dosificación de polímero a base de carbohidratos comprendida en el procedimiento de fabricación de dicha pulpa de celulosa.

65

El polímero a base de carbohidratos puede seleccionarse del grupo formado por: almidón, carboximetilcelulosa, goma guar, entre otros.

5 El tratamiento enzimático comprende la enzima o mezcla de enzimas hidrolíticas (EZ), conocidas por un experto en la materia y disponibles comercialmente, y que pueden seleccionarse del grupo formado por:  $\alpha$ -amilasa, 2  $\beta$ -amilasa, glucano 1,4- $\alpha$ -glucosidasa, celulasa, endo-1,3(4)- $\beta$ -glucanasa, inulinasa, endo-1,4- $\beta$ -xilana, oligo-1,6-glucosidasa, dextranasa, quitinasa, poligalacturonasa, lisozima, exo- $\alpha$ -sialidasa,  $\alpha$ -glucosidasa,  $\beta$ -glucosidasa,  $\alpha$ -galactosidasa,  $\beta$ -galactosidasa,  $\alpha$ -manosidasa,  $\beta$ -manosidasa,  $\beta$ -fructofuranosidasa,  $\alpha$ , $\alpha$ -trehalasa,  $\beta$ -glucuronidasa, endo-1,3- $\beta$ -xilana, amilo-1,6-glucosidasa, hialuronoglucosaminidasa, hialuronoglucuronidasa, xilano 1,4- $\beta$ -xilosidasa,  $\beta$ -D-fucosidasa, glucano endo-1,3- $\beta$ -D-glucosidasa,  $\alpha$ -L-ramnosidasa, pululanasa, GDP-glucosidasa,  $\beta$ -L-ramnosidasa, fucoidanasa, glucosilceramidasa, galactosilceramidasa, galactosilgalactosilglucosilceramidasa, sacarosa  $\alpha$ -glucosidasa,  $\alpha$ -N-acetilgalactosaminidasa,  $\alpha$ -N-acetilglucosaminidasa.

15 El desempeño de la enzima o mezcla de enzimas (EZ) disponible en el mercado se produce en el área superficial de la fibra de celulosa, potenciando la capacidad de adsorción de los productos químicos modificadores de la fibra durante el procedimiento de fabricación de la pulpa.

20 Sin embargo, la dosificación de enzimas en concentraciones excesivas puede hacer que actúen más profundamente en las fibras, lo que podría alterar significativamente su resistencia física y su grado de resistencia al drenaje e incluso degradar las paredes de dichas fibras.

25 Los inventores han encontrado una mayor resistencia física y, sorprendentemente, al menos el mantenimiento del grado de capacidad de drenaje de la pulpa de celulosa obtenida mediante el procedimiento aquí descrito, definiendo niveles específicos de enzimas que se dosifican junto con el polímero a base de carbohidratos, en el paso posterior al blanqueo de la pulpa y antes del secado de dicha pulpa.

30 La figura 1 muestra los pasos del procedimiento de la presente invención. El procedimiento para fabricar la pulpa de celulosa comprende los pasos de:

a) tratar la materia prima celulósica mediante el procedimiento de fabricación de pulpa química o semiquímica para fabricar pulpa de celulosa marrón (BP);

35 b) blanquear la pulpa de celulosa marrón mediante la secuencia de blanqueo para obtener la pulpa blanca;

c) añadir el polímero a base de carbohidratos (B), en el que la dosis de dicho polímero oscila entre 2 y 12 kg/tonelada de pulpa de celulosa;

40 c) añadir la enzima o mezcla de enzimas a la pulpa de suspensión blanca ya dopada con el polímero a base de carbohidratos (B), en el que la adición de la enzima (E) o mezcla de enzimas se lleva a cabo de acuerdo con las siguientes condiciones:

i. Temperatura de reacción entre 40 °C y 90 °C;

45 ii. pH de reacción entre 3.0 y 9.0 utilizando una base fuerte o un ácido fuerte para el ajuste del pH, controlado mediante medición del pH;

iii. Tiempo de reacción entre 10 y 300 minutos;

50 iv. Cantidad de enzima entre 10 g de EZ y 200 g de EZ por tonelada de celulosa;

e) transportar la pulpa de suspensión blanca dopada a la torre de reacción y a través de ella antes de la máquina de secado (TMCB), y

55 f) secar (S) la pulpa de suspensión blanca dopada para obtener la pulpa de celulosa (CL).

60 La figura 2 muestra que la dosificación de 50, 100 o 200 g/tonelada de enzima provoca un aumento del área de superficie de la fibra en comparación con una muestra de referencia. La muestra de referencia es una pulpa de suspensión blanca que no ha sido dopada, es decir, que no recibió una dosis del polímero a base de carbohidratos y la enzima o mezcla de enzimas.

El tratamiento enzimático aplicado bajo condiciones controladas de las variables cinéticas de las reacciones involucradas, a saber, temperatura, pH y tiempo, conduce a una mayor eficiencia del tratamiento y, con ello, a una dosificación de enzimas más optimizada para el procedimiento de fabricación de pulpa de celulosa.

65

La figura 3 muestra el aumento de la reactividad de la fibra fabricada por el procedimiento de la presente invención. La reactividad está representada por el potencial zeta.

5 Las figuras 4 y 5 demuestran los aumentos de resistencia física de la pulpa obtenida mediante el procedimiento descrito en la presente invención en comparación con la pulpa de referencia. Además, la figura 6 demuestra el mantenimiento del grado de resistencia al drenaje de la pulpa de la presente invención en comparación con la pulpa de referencia.

10 El papel obtenido a partir de la pulpa de la presente invención reproduce aumentos en resistencia física como se muestra en la figura 7.

Además, dado que la dosificación de la enzima o mezcla de enzimas comercial tiene lugar antes de la etapa de secado de la pulpa de suspensión blanca, dicha enzima o mezcla de enzimas sufre desnaturalización durante dicha etapa de secado, lo que da como resultado una pulpa de celulosa (CL) sin residuos de enzimas o mezclas de enzimas, como lo demuestra el rendimiento del ensayo ELISA.

15 En una realización preferida de la presente invención, el procedimiento de fabricación de pulpa de celulosa comprende los pasos de:

20 a) tratar la materia prima celulósica mediante el procedimiento de fabricación de pulpa química, siendo preferible un procedimiento Kraft para fabricar pulpa de celulosa marrón

25 b) blanquear la pulpa de celulosa marrón mediante una secuencia de blanqueo que comprende el tratamiento con dióxido de cloro caliente (DHT) seguido de un tratamiento con sosa y peróxido (OPE), seguido de un tratamiento con dióxido de cloro

c) añadir el polímero a base de carbohidratos (B), la dosis de dicho polímero oscila entre 2 y 12 kg/tonelada de pulpa de celulosa, añadiendo preferiblemente entre 3 y 10 kg de polímero/tonelada de pulpa de celulosa;

30 d) añadir la enzima o mezcla de enzimas a la pulpa de suspensión blanca ya dopada con el polímero a base de carbohidratos (B), en la que la adición de la enzima (E) o mezcla de enzimas se lleva a cabo de acuerdo con las siguientes condiciones:

35 i. temperatura de reacción entre 50 y 80 °C;

ii. pH de reacción entre 3.5 y 8.0, utilizando hidróxido de sodio o ácido sulfúrico para ajustar el pH;

iii. tiempo de reacción entre 30 y 120 minutos;

40 iv. cantidad de enzima entre 20 g de EZ y 100 g de EZ por tonelada de celulosa;

e) transportar la pulpa de suspensión blanca añadida a la torre de reacción y a través de ella antes de la máquina de secado (TMCB); y

45 f) secar (S) la pulpa de suspensión blanca dopada para obtener la pulpa de celulosa (CL).

En otra realización preferida de la presente invención, el procedimiento de fabricación de pulpa de celulosa puede describirse como:

50 a) tratar la materia prima celulósica mediante el procedimiento de fabricación de pulpa química, en el que la fabricación de pulpa química es preferiblemente un procedimiento Kraft, para fabricar pulpa de celulosa marrón (BP);

55 b) blanquear la pulpa de celulosa marrón mediante una secuencia de blanqueo que comprende el tratamiento con dióxido de cloro caliente (DHT) seguido del tratamiento con sosa y peróxido (OPE) seguido del tratamiento con dióxido de cloro (D1);

c) añadir la enzima o mezcla de enzimas a la pulpa de suspensión blanca, en donde la adición de la enzima (E) o mezcla de enzimas se lleva a cabo de acuerdo con las siguientes condiciones:

60 i. temperatura de reacción entre 50 y 80 °C;

ii. pH de reacción entre 3.5 y 8.0, utilizando hidróxido de sodio o ácido sulfúrico para el ajuste;

65 iii. tiempo de reacción entre 30 y 120 minutos;

- iv. cantidad de enzima entre 20 g de EZ y 100 g de EZ por tonelada de celulosa;
- d) añadir el polímero a base de carbohidratos (B), la dosis de dicho polímero oscila entre 2 y 12 kg/tonelada de pulpa de celulosa, dosificando preferiblemente entre 3 y 10 kg de polímero/tonelada de pulpa de celulosa;
- 5 e) transportar la pulpa de suspensión blanca dopada hasta y a través de la torre de reacción antes de la máquina de secado (TMCB); y
- f) secar (S) la pulpa de suspensión blanca dopada para obtener la pulpa de celulosa (CL).
- 10 El procedimiento de fabricación de pulpa química, más concretamente el procedimiento de fabricación de pulpa Kraft, como ya se ha descrito en el estado de la técnica, comprende el tratamiento de las fibras de origen vegetal, incluyendo los siguientes pasos:
- 15 a) digestión en la que las fibras vegetales se hierven junto con hidróxido de sodio y sulfuro de sodio para separar la pulpa de celulosa marrón (BP) de la lignina;
- b) separación del licor negro de la celulosa, el licor negro debe separarse de la pulpa de celulosa marrón (BP);
- 20 c) caldera de recuperación, el licor negro se trata hasta que puede quemarse en la caldera de recuperación para generar energía;
- d) cerrar el circuito mediante la recuperación de hidróxido de sodio, sulfuro de sodio y agua;
- 25 e) transformación de la pulpa de celulosa marrón (BP) en celulosa blanqueada (CL), dicha transformación comprende:
- i) lavar la pulpa de celulosa con agua para eliminar el licor negro residual;
- 30 ii) preblanquear;
- iii) blanquear;
- iv) secar la celulosa (CL).
- 35 Otras realizaciones de la presente invención, el paso (b) de blanquear una pulpa de celulosa marrón (BC) del procedimiento de fabricación de pulpa de celulosa de la presente invención puede seleccionarse del grupo formado por:
- 40 1) tratamiento con dióxido caliente (DOHOT), seguido de extracción oxidativa con peróxido (OPE) y, a continuación, tratamiento final con dióxido (D) - producto sin cloro elemental (ECF);
- 45 2) etapa de acidificación con ácido sulfúrico o clorhídrico (A) DO (tratamiento con dióxido no caliente), seguido de extracción oxidativa con peróxido (OPE), seguido de otro tratamiento con dióxido (D1), seguido de extracción con peróxido (PE), seguido de otro tratamiento con dióxido (D2)-producto sin cloro elemental (ECF);
- 50 3) tratamiento con dióxido en caliente (HOT Do), seguido de extracción oxidativa con peróxido (OPE), seguida de tratamiento con dióxido con neutralización con sosa, y otra etapa de tratamiento con dióxido (DnD) - producto sin cloro elemental (ECF);
- 4) una etapa de deslignificación (O) seguida del transporte de la pulpa a una torre de ácido y dentro de ella, lavado, uso de ozono con extracción (AZe), seguido de otro lavado, luego tratamiento con dióxido (d) y adición de peróxido (P) - producto libre de cloro elemental (ECF);
- 55 5) una etapa de deslignificación (O), seguida de acidificación durante 15 minutos, seguida de aplicación de ozono, seguida de extracción, luego lavado con agua, tratamiento con dióxido (D), lavado de nuevo, adición de peróxido (P), seguida de lavado, y finalmente secado de producto sin cloro elemental (ECF);
- 60 6) una etapa de deslignificación (O), seguida de una etapa de acidificación con ácido sulfúrico o clorhídrico (A), seguida de extracción con ozono (Ze), seguida de adición de peróxido (P), seguida de otra adición de peróxido (P) - producto sin cloro elemental y compuestos a base de cloro (TCF);
- 65 7) una etapa de deslignificación (O), utilizando extracción de ozono (aZe) seguida de adición de peróxido (P) seguida de una nueva adición de peróxido (P) producto sin cloro elemental y compuestos a base de cloro (TCF),

8) designificación (OO) con oxígeno para reducir el número Kappa en un 35 %, etapa de acidificación con ácido sulfúrico o clorhídrico y tratamiento con dióxido en caliente (HOTDo), seguido de extracción oxidativa con peróxido (OPE), seguida de tratamiento con dióxido (D) y adición final de peróxido (P) - producto sin cloro elemental (ECF).

5

En la última etapa de blanqueo, se dosifican el polímero a base de carbohidratos y la enzima comercial o mezcla de enzimas, que luego se transportan hacia y a través de un dispositivo de homogeneización, que asegura el mayor contacto entre los productos dosificados y la fibra. Luego, esta mezcla se transfiere a una bomba mezcladora donde se lleva a cabo una mezcla efectiva de los aditivos. A continuación, la pulpa dopada con polímeros a base de carbohidratos y la enzima comercial o mezcla de enzimas se bombean a una torre de reacción, donde la mezcla permanece de 10 a 300 minutos, preferiblemente de 30 a 120 minutos, a una temperatura entre 40 y 90 °C, preferiblemente entre 50 y 80 °C, y un pH que oscila entre 3.0 y 9.0, preferiblemente entre 3.5 y 8.0, utilizando hidróxido de sodio o ajuste sulfúrico, para completar la reacción.

10

15

La pulpa obtenida se bombea entonces a la etapa de secado. A continuación, la pulpa de celulosa (CL) es obtenida para el mercado del papel.

20

Los inventores han descubierto además que, contrariamente a las enseñanzas del estado de la técnica, el procedimiento aquí descrito da como resultado una pulpa de celulosa (CL) con mayor resistencia física, es decir, al desgarrar y a la tracción, y también con al menos el grado de mantenimiento de la resistencia al drenaje, como se muestra en las figuras 4 a 6.

25

Según una realización preferida de la presente invención, el tratamiento enzimático se lleva a cabo mediante la acción de enzimas hidrolíticas, por ejemplo, celulasas, o una mezcla de celulasas con otras enzimas disponibles en el mercado con materiales de relleno que van de 20 a 100 gramos de enzima por tonelada de celulosa.

30

Dicho tratamiento enzimático (E) se lleva a cabo en un paso posterior al procedimiento de blanqueo de la pulpa obtenida mediante el procedimiento de fabricación de pulpa química, y antes del paso de secado (D) de la pulpa para que luego se utilice en la fabricación de papel.

35

Preferiblemente, el tratamiento enzimático tiene un tiempo de retención en el rango de 30 a 120 minutos, un pH en el rango de 3.5 a 8.0, una temperatura en el rango de 50 a 80 °C, preferiblemente cuando la enzima hidrolítica es una celulasa.

40

Las fibras utilizadas en el procedimiento de la presente invención pueden ser las denominadas fibras vegetales, preferiblemente fibras cortas, más preferiblemente fibras de eucalipto.

45

La pulpa de celulosa de la presente invención, obtenida mediante un procedimiento que incluye una etapa de tratamiento enzimático, dosificando simultáneamente un polímero a base de carbohidratos, presenta sorprendentemente una mayor área superficial de la fibra de celulosa sin comprometer las propiedades físicas de la fibra tratada, y asegurando también que la pulpa de celulosa obtenida exhiba una mayor resistencia física a la tracción y al desgarrar y al menos mantenga su resistencia al drenaje.

50

#### **Ejemplos**

Los siguientes ejemplos ilustrarán mejor la presente invención y las condiciones y parámetros particulares descritos representan realizaciones preferidas pero no limitativas de la presente invención.

55

#### **Ejemplo 1: Procedimiento de preparación de polímeros: adición de polímero seguida de adición de enzima**

Para el procedimiento de fabricación de pulpa Kraft, el polímero a base de carbohidratos, pero específicamente almidón, se utilizó en una dosis de 3 a 10 kg/tonelada de pulpa de celulosa a partir de fibras cortas. A continuación, se añadieron de 30 a 50 g de EZ por tonelada de celulosa, y las condiciones de reacción son como sigue: temperatura de 50 a 90 °C, pH de 3.0 a 8.0, durante un periodo de 60 a 240 minutos. La secuencia de blanqueo utilizada fue una secuencia ECF.

60

#### **Ejemplo 2: Procedimiento de preparación de polímeros: adición de enzima seguida de adición de polímero**

65

Para un procedimiento de fabricación de pulpa Kraft, se añadieron de 30 a 50 g de EZ por tonelada de celulosa procedente de fibras cortas, en el que las condiciones de reacción son las siguientes: temperatura de 50 a 90 °C, pH de 3.0 a 9.0, durante un periodo de 60 a 240 minutos. A continuación, se dosificó un polímero a base de carbohidratos, pero específicamente almidón, en una dosis de 3 a 10 kg/tonelada de pulpa de celulosa. La secuencia de blanqueo utilizada fue una secuencia ECF.

**Ejemplo 3: Descripción de las pruebas comparativas con las referencias.**

5 Las pruebas comparativas para evaluar las características de la pulpa de celulosa obtenida a partir del procedimiento de la presente invención se llevaron a cabo con la adición concomitante de polímero a base de carbohidratos y enzima o mezcla de enzimas disponibles comercialmente.

10 En las pruebas de laboratorio, el equipo utilizado fue un reactor de blanqueo de celulosa con una capacidad de 300 g de fibras secas y control automático total de las condiciones del procedimiento, que se ajustaron a: temperatura de 50 °C, pH de 7.0 y tiempo de reacción de 120 minutos. La cantidad de enzima o mezcla de enzimas utilizada osciló entre 0 (Referencia) y 50 a 200 g/tsa (Muestras A, B, C y D)

Los resultados de las pruebas de laboratorio se describen en la Tabla 1.

15 TABLA 1:

Muestra	Cantidad de enzima	Índice de Desgarro (Nm <sup>2</sup> /kg)	Índice de Tracción (Nm/g)
Referencia	0	5.9	34.9
Muestra A	50 g/tsa	7.7	52.2
Muestra B	100 g/tsa	7.0	53.2
Muestra C	150 g/tsa	6.3	55.8
Muestra D	200 g/tsa	5.7	55.1

20 Como pueden evidenciar los resultados anteriores, hubo una mejora en los índices de desgarro y tracción de la pulpa obtenida.

25 Las pruebas comparativas fueron seguidas por pruebas a mayor escala, cuando se utilizó el reactor con una capacidad de pulpa seca de 100 kg y con control automático de las variables del procedimiento. Se mantuvieron las variables: temperatura de 50 °C, pH de 7.0 y tiempo de reacción de 120 minutos. La cantidad de enzima o mezcla de enzimas utilizada fue de 50 g/t.

Una vez más, fue posible verificar que, en comparación con la referencia, la pulpa de la presente invención mostró una mejor resistencia física sin comprometer su grado de resistencia al drenaje. Los resultados se describen en la tabla 2.

30 TABLA 2

Muestra	Capacidad de drenaje (°SR)	Índice de desgarro (Nm <sup>2</sup> /kg)	Índice de tracción (Nm/g)
Referencia	17.5	3.8	23.2
Muestra 50 g/tsa	20.0	5.8	30.6

35 También se llevaron a cabo pruebas a una escala aún mayor, que también demostraron la mejora en la resistencia física de la pulpa obtenida, manteniendo el grado de resistencia al drenaje. La cantidad de enzima o mezcla de enzimas utilizada fue de 30 g/ tsa y 50 g/ t.

Los resultados se muestran en la tabla 3 a continuación.

TABLA 3

Muestra	Capacidad de drenaje (°SR)	Índice de desgarro (Nm <sup>2</sup> /kg)	Índice de tracción (Nm/g)
Referencia A	23.5	3.1	22.4
Referencia B	21.0	3.4	22.7
Lote 1	21.0	5.2	27.2
Lote 2	21.0	6.5	27.4
Lote 3	22.0	4.5	27.5
Lote 4	21.0	5.5	27.7
Lote 5	21.0	5.3	27.3

5 Los datos se representan gráficamente en las figuras 4, 5 y 6.

Por lo tanto, se ha observado la reproducibilidad de las características de resistencia física de la pulpa de la presente invención desde la escala de laboratorio hasta escalas mayores.

10 **Ejemplo 4: Procedimiento de fabricación de papel utilizando la pulpa de esta invención**

La capacidad de la pulpa de la presente invención se evaluó en una máquina piloto de papel tisú.

La preparación de la suspensión se llevó a cabo por lotes, en los que se prepararon 4.2 toneladas de pasta.

15

Después de la preparación, la suspensión se envió para pruebas en una máquina de papel tisú disponible en el mercado, como se muestra en la figura 8.

20

Como resultado, se observó que los resultados de la resistencia física en el papel reproducían los aumentos en resistencia física que se observaron en la pulpa de la presente invención. En concreto, el índice de tracción aumentó más de 50 %, como se muestra en la figura 7.

25

Estas propiedades mejoradas, el índice de rasgado y el índice de tracción, se transfirieron al papel obtenido, especialmente al papel tisú y al papel de escribir e imprimir; además, el procedimiento de fabricación de papel a partir de la pulpa así obtenida presenta aumentos de productividad y ahorro de recursos, ya que asegura un drenaje/secado más eficiente, ya que se mantiene el grado de resistencia al drenaje.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para fabricar una pulpa de celulosa a partir de materia prima celulósica, caracterizado por comprender los pasos de:
- 5
- a) tratar la materia prima celulósica mediante un procedimiento de fabricación de pulpa químico o semiquímico para fabricar una pulpa de celulosa marrón (BP);
- b) blanquear la pulpa de celulosa marrón mediante una secuencia de blanqueo para obtener una pulpa de suspensión blanca;
- 10
- c) añadir un polímero a base de carbohidratos (B) a la pulpa de suspensión blanca, en el que el polímero a base de carbohidratos (B) pertenece al grupo formado por el almidón, la carboximetilcelulosa y la goma guar, y en el que la dosis de dicho polímero oscila entre 2 y 12 kg/tonelada de pulpa de celulosa;
- 15
- d) añadir una enzima o mezcla de enzimas a la pulpa de suspensión blanca con el polímero a base de carbohidratos (B), en el que la adición de la enzima (E) o mezcla de enzimas se lleva a cabo de acuerdo con las siguientes condiciones:
- 20
- i. temperatura de reacción entre 40 y 90 °C;
- ii. pH de reacción entre 3.0 y 9.0;
- iii. tiempo de reacción entre 10 y 300 minutos;
- 25
- iv. cantidad de enzima entre 10 g de EZ y 200 g de EZ por tonelada de celulosa;
- e) transportar la pulpa de suspensión blanca con el polímero a base de carbohidratos (B) hasta y a través de la torre de reacción antes de la máquina de secado (TMCB); y
- 30
- f) secar (S) la pulpa de suspensión blanca con el polímero a base de carbohidratos (B) para obtener la pulpa de celulosa (CL).
- 35
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la materia prima celulósica es una fibra vegetal.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la fibra vegetal es una fibra corta, más preferiblemente, fibra de eucalipto.
- 40
4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el procedimiento de fabricación de pasta es un procedimiento Kraft.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el blanqueo comprende el uso de una secuencia de blanqueo ECF o TCF.
- 45
6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la adición de la enzima (E) o mezcla de enzimas se lleva a cabo de acuerdo con las siguientes condiciones:
- 50
- i. temperatura de reacción entre 50 y 80 °C;
- ii. pH de reacción entre 3.5 y 8.0;
- iii. tiempo de reacción entre 30 y 120 minutos;
- 55
- iv. cantidad de enzima entre 20 g de EZ y 100 g de EZ por tonelada de celulosa.
7. Procedimiento para fabricar una pulpa de celulosa a partir de materia prima celulósica caracterizado por comprender los pasos de y en ese orden:
- 60
- a) tratar la materia prima celulósica mediante un procedimiento de fabricación de pulpa químico o semiquímico para fabricar una pulpa de celulosa marrón (BP);
- b) blanquear la pulpa de celulosa marrón mediante una secuencia de blanqueo para obtener una pulpa de suspensión blanca;
- 65

## ES 3 027 193 T3

c) añadir una enzima o mezcla de enzimas a la pulpa de suspensión blanca, la adición de la enzima (E) o mezcla de enzimas se lleva a cabo de acuerdo con las siguientes condiciones:

- 5
- i. temperatura de reacción entre 40 y 90 °C;
  - ii. pH de reacción entre 3.0 y 9.0;
  - iii. tiempo de reacción entre 10 y 300 minutos;
- 10
- iv. cantidad de enzima entre 10 g de EZ y 200 g de EZ por tonelada de celulosa;
- d) añadir el polímero a base de carbohidratos (B), en el que la dosis de dicho polímero oscila entre 2 y 12 kg/tonelada de pulpa de celulosa, el polímero a base de carbohidratos (B) se selecciona del grupo formado por el almidón, la carboximetilcelulosa y la goma guar;
- 15
- e) transportar la pulpa de suspensión blanca con el polímero a base de carbohidratos (B) hasta y a través de la torre de reacción antes de la máquina de secado (TMCB); y
- 20
- f) secar (S) la pulpa de suspensión blanca con el polímero a base de carbohidratos (B) para obtener la pulpa de celulosa (CL).
8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la fibra vegetal es una fibra corta, más preferiblemente una fibra de eucalipto.
- 25
9. Procedimiento según las reivindicaciones 7 a 8, caracterizado porque el procedimiento de fabricación de pulpa es un procedimiento Kraft.
10. Procedimiento según las reivindicaciones 7 a 9, caracterizado porque la adición de la enzima (E) o de la mezcla de enzimas se realiza de acuerdo con las siguientes condiciones:
- 30
- i. temperatura de reacción entre 50 y 80 °C;
  - ii. pH de reacción entre 3.5 y 8.0;
- 35
- iii. tiempo de reacción entre 30 y 120 minutos;
  - iv. cantidad de enzima entre 20 g de EZ y 100 g de EZ por tonelada de celulosa.

Figura 1

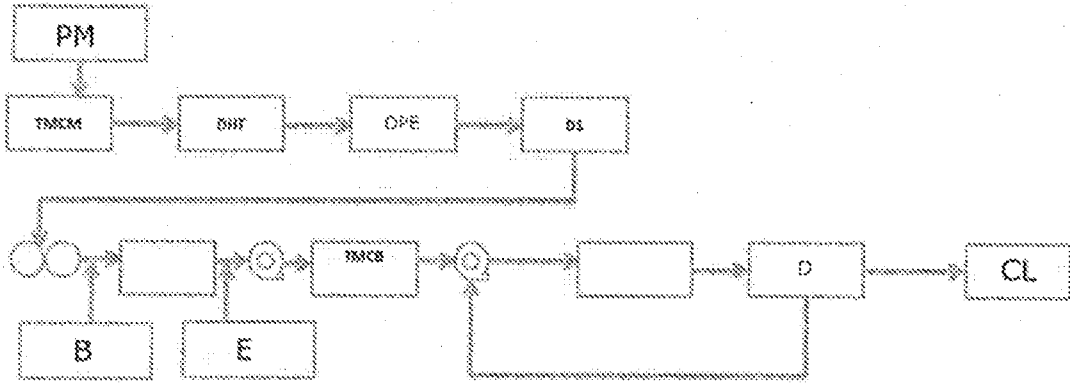


Figura 2

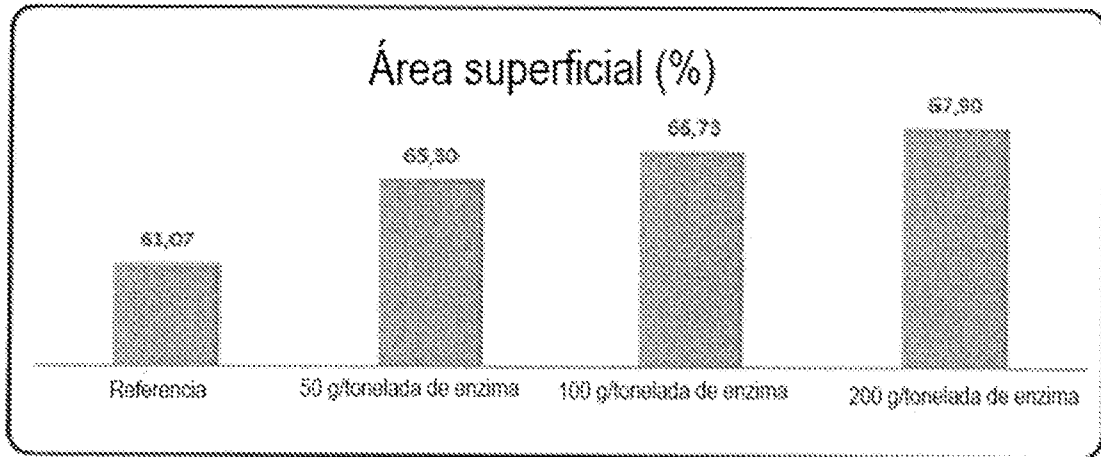


Figura 3

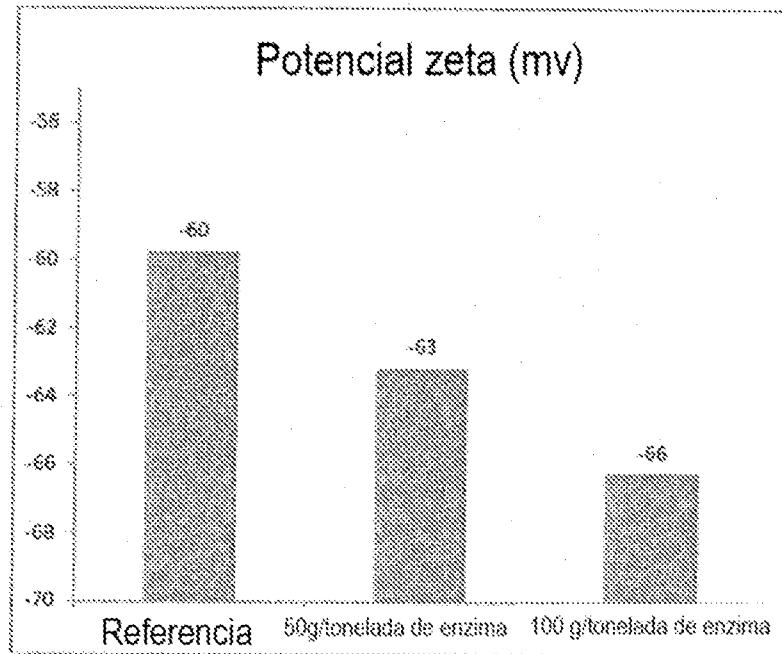


Figura 4

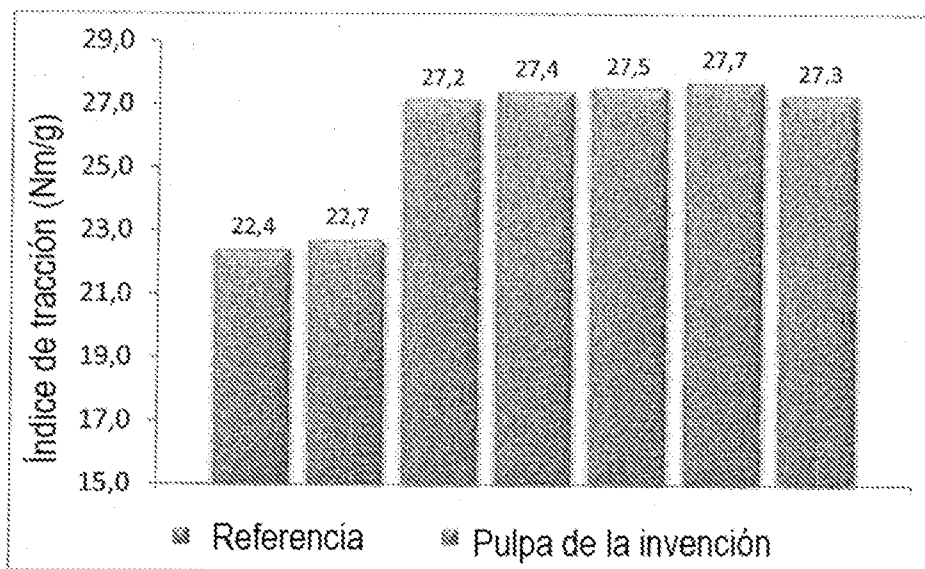


Figura 5

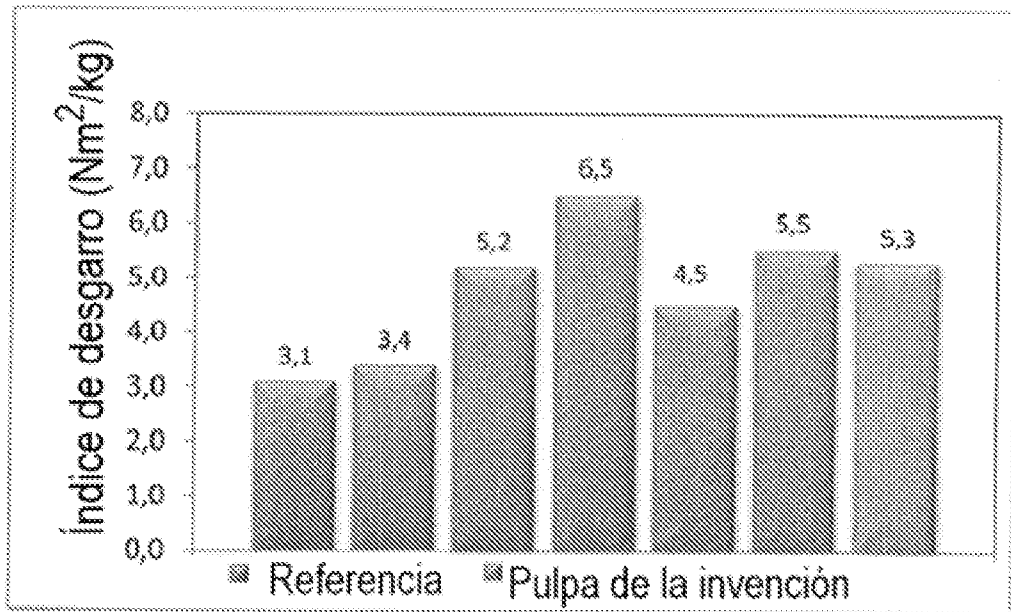


Figura 6

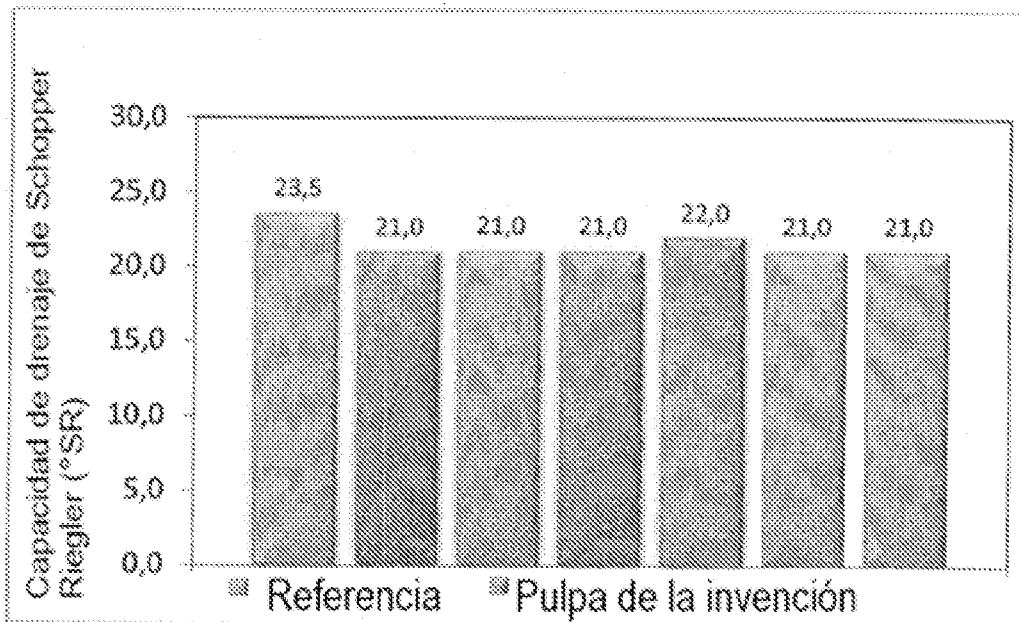


Figura 7

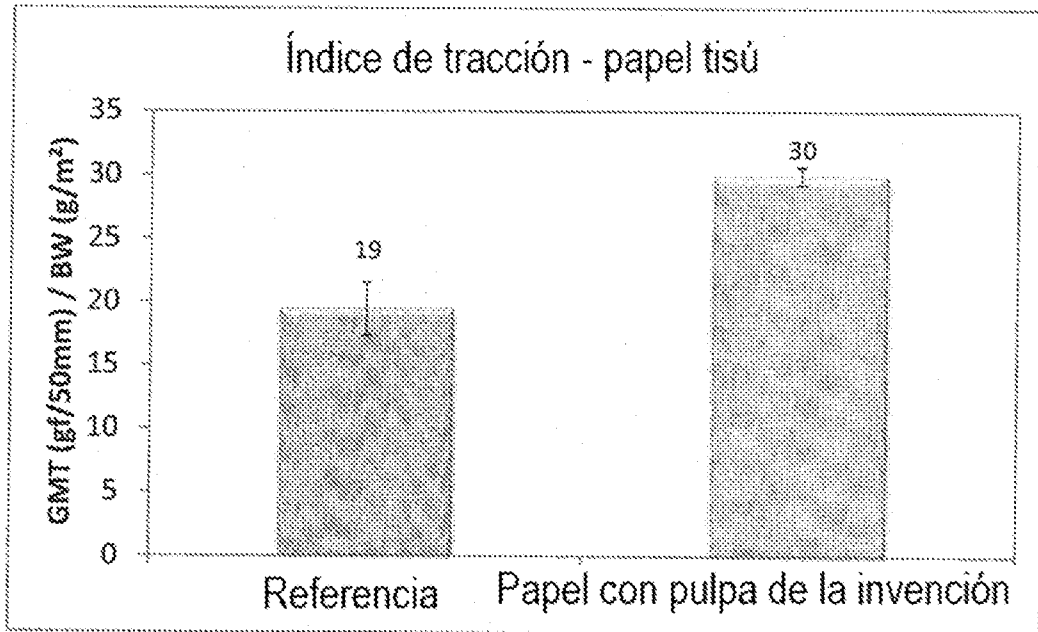


Figura 8

