

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 959 654**

51 Int. Cl.:

D21C 1/00 (2006.01)

D21C 3/02 (2006.01)

D21C 3/22 (2006.01)

D21C 7/00 (2006.01)

D21C 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.05.2016 PCT/IB2016/053111**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.11.2017 WO17203329**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.05.2016 E 16728394 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.09.2023 EP 3464713**

54 Título: **Un método y un sistema para la producción de lignina de alto peso molecular**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.02.2024

73 Titular/es:
**FIBRATECH PTE. LTD (100.0%)
7 Martia Road 04-03 Martia Residence
Singapore 424794, SG**

72 Inventor/es:
KURKI, MATTI

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 959 654 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

Un método y un sistema para la producción de lignina de alto peso molecular

Campo

5 La presente divulgación se refiere a un método de cocción para producir lignina de alto peso molecular y pulpa a partir de una fuente de fibra celulósica. La pulpa producida según el método de cocción es útil para tisú, fluff, papel de filtro, papel fino y papel fino estucado, papel decorativo, cartón multicapa, pulpa disolvente y/o productos de celulosa con alto contenido de finos.

Antecedentes

10 La lignina se utiliza como combustible para proporcionar energía en el procedimiento de fabricación de pulpa. Además, la lignina se utiliza para preparar diversos derivados de lignina, tales como adhesivos, fibra de carbono, carbón activado y negro de humo. El peso molecular de la lignina es un factor importante que determina las propiedades de la lignina y sus posibles usos en la fabricación de derivados de lignina. Una propiedad importante definida por el peso molecular de la lignina es el valor calorífico de la lignina. La lignina de alto peso molecular tiene un alto valor calorífico y, por tanto, es más ventajosa como combustible que la lignina de menor peso molecular.

15 En el procedimiento Kraft, la materia prima que contiene celulosa y lignina se cuece en un digestor. Durante la cocción, los polímeros de lignina se liberan rompiendo los enlaces que unen los polímeros de lignina a la celulosa. La temperatura y el álcali requeridos en las condiciones de cocción también tienen un efecto sobre los polímeros de lignina que se degradan a lignina que tiene un peso molecular más bajo. La lignina se difunde desde el interior de la materia prima hacia el licor de cocción cuando el polímero de lignina se ha degradado a un tamaño menor que los espacios vacíos creados al cocer la materia prima que contiene celulosa. Por lo tanto, tiempos de cocción más prolongados dan como resultado un tamaño reducido de la molécula de lignina obtenida en el licor negro. Adicionalmente, un tiempo de cocción prolongado también aumenta la disolución de la hemicelulosa en el licor de cocción, lo que disminuye adicionalmente el poder calorífico de la lignina. El sistema digestor de la técnica actual para cocer una fuente de fibra celulósica comprende:

- 20 i. Cocer la fuente de fibra celulósica en un licor de cocción;
- 25 ii. Extraer el licor de cocción y pulpa de enfriamiento con licor de desplazamiento (opcional)
- iii. Descargar la pulpa y licor de lavado desde el digestor.

30 Con los actuales procedimientos de fabricación de pulpa Kraft, tales como el divulgado en el documento PCT/FI2011/050651, no es posible producir lignina de alto peso molecular: debido al largo tiempo de cocción y a la alta temperatura requeridos en los procedimientos de cocción existentes, la lignina en el licor negro se degrada a un peso molecular bajo, de modo que sólo se puede recuperar lignina de bajo peso molecular con los procedimientos conocidos. En los procedimientos actuales, la columna de virutas no se comprime después del lavado y sólo se elimina la lignina de bajo peso molecular. Adicionalmente, una cantidad sustancial de lignina queda dentro de las virutas de madera y, en consecuencia, el rendimiento de lignina es bajo. Adicionalmente, la recuperación de lignina del procedimiento de fabricación de pulpa con los métodos actuales implica un alto consumo de energía. La lignina se puede eliminar del licor negro mediante precipitación, como se conoce en el sector artesanal en el campo de la fabricación de pulpa química o mediante procedimientos tales como LignoBoost™.

40 Adicionalmente, en los sistemas de cocción actuales se evitan columnas con porosidades bajas, es decir columnas comprimidas, ya que por debajo de una porosidad de 0,25 el licor negro no puede fluir dentro de las columnas de virutas. Cuando se impide el flujo de licor negro, la cocción de las virutas de madera se vuelve imposible y los productos de la reacción de cocción no se transportan desde el interior de las virutas de madera al licor libre fuera de la columna de virutas de madera. Por lo tanto, los sistemas de cocción actuales tienen que asegurar el flujo libre del licor de cocción para mantener el procedimiento de cocción ininterrumpido y, en consecuencia, los sistemas de cocción actuales evitan cualquier etapa del procedimiento que comprima la columna de virutas o corra el riesgo de bloquear el flujo libre del licor en el digestor.

45 Las columnas de pulpa y virutas comprimidas también se evitan en los procedimientos actuales porque cuando se restringe el flujo libre entre virutas o fibras, aumentará la diferencia de presión sobre la columna, lo que dará como resultado una canalización. La canalización del licor de cocción o lavado provocará una variación de la temperatura de cocción y el agotamiento del álcali en la zona de la columna comprimida. También disminuye la eficacia del lavado después de la cocción, lo que conducirá a una baja eficiencia de lavado y disminuirá el rendimiento de lignina en el licor desplazado.

50 La celulosa es un material utilizado, p. e., para tisú, fluff, papel de filtro, papel fino y papel fino estucado, papel decorativo,

cartón multicapa, pulpa disolvente y celulosa con alto contenido de finos que comprende fibras celulósicas y finos (partes finas de fibra con una alta relación de largo a ancho) o fino. Los procedimientos de producción de papel tisú, fluff, papel de filtro, papel fino y papel fino estucado, papel decorativo, cartón multicapa, pulpa disolvente y celulosa con alto contenido de finos se basan generalmente en el tratamiento de fibras de celulosa químicas.

- 5 Para los productos de papel tisú una propiedad importante es la suavidad del producto. Para mejorar esta propiedad normalmente se requiere un mayor consumo de agente suavizante en la producción. Para los productos tipo fluff, una propiedad importante es la absorbancia de agua del producto. Para los papeles de filtro, una propiedad importante es la porosidad del producto. En estos procedimientos también se consumen importantes cantidades de agua y se generan efluentes, creando así una importante carga ambiental.
- 10 Para productos de papel fino estucados y no estucados, una propiedad importante es un alto contenido de carga del producto manteniendo al mismo tiempo el mismo espesor del producto. Para aumentar el contenido de carga con un espesor constante, normalmente se observa un mayor consumo de productos químicos y/o enzimas y un consumo de energía en la producción de papel fino estucado y no estucado. En estos procedimientos también se consumen importantes cantidades de agua y se generan efluentes, creando así una importante carga ambiental. Para los productos de papel
- 15 decorativo, una propiedad importante es la estabilidad dimensional del producto de papel base. Normalmente se requiere un mayor consumo de productos químicos y/o enzimas y de energía en la producción de papel fino estucado y no estucado. En estos procedimientos también se consumen importantes cantidades de agua y se generan efluentes, creando así una carga ambiental significativa. Para los productos de cartón multicapa, una propiedad importante es el alto contenido de sólidos secos después de la sección de prensa con un nivel de unión constante de la capa intermedia del producto. Para
- 20 mejorar esta propiedad normalmente se requiere un mayor consumo de productos químicos y/o enzimas y un consumo de energía en la producción de papel fino estucado y no estucado. En estos procedimientos también se consumen importantes cantidades de agua y se generan efluentes, creando así una importante carga ambiental. Para productos de pulpa disolvente/celulosa una propiedad importante es la reactividad de Fock. Para mejorar esta propiedad, normalmente se requiere un mayor consumo de productos químicos y/o enzimas y un consumo de energía en la producción de pulpa
- 25 disolvente/celulosa. En estos procedimientos también se consumen importantes cantidades de agua y se generan efluentes, creando así una importante carga ambiental.

30 Para productos de celulosa con alto contenido de finos, una propiedad importante es la cantidad de finos en el producto de celulosa para aumentar la resistencia a la deslaminación del producto. Para mejorar esta propiedad, normalmente se observa un aumento del consumo de productos químicos y/o enzimas y del consumo de energía en la producción de papel fino estucado y no estucado. En estos procedimientos también se consumen importantes cantidades de agua y se generan efluentes, creando así una importante carga ambiental.

35 La publicación US 2011/0277947 A1 presenta un método para la producción de papel tisú de celulosa. El método utiliza un agitador de exfoliación con una cuchilla de alta velocidad que produce nanofilamentos de celulosa más largos en comparación con los métodos anteriores. La publicación US 2008/0057307 A1 ilustra un método para la producción de papel fino estucado o no estucado. Las materias primas utilizables en las realizaciones se pueden seleccionar entre fibras de celulosa, acrílicas y de poliéster.

La publicación CA 2437616 A1 ilustra un método para producir papel base decorativo. Las materias primas utilizables en las realizaciones se pueden seleccionar entre fibras de celulosa, acrílicas y de poliéster. El método comprende pasar fibras a través de un refinador de doble disco de alto cizallamiento.

40 En la publicación US 4869783, una propiedad importante de un producto de cartón multicapa es la porosidad. Para eliminar la mayor parte de la lignina de las virutas, las virutas se someten a reducción química a pulpa a una temperatura elevada. La publicación CA 2437616 A1 ilustra un método para la producción de celulosa con alto contenido de finos con bajo consumo de energía. Las materias primas utilizables en las realizaciones se pueden seleccionar entre fibras de celulosa, acrílicas y de poliéster. El método comprende pasar fibras a través de un refinador de doble disco de alto

45 cizallamiento.

La publicación WO/2012/007642A1 presenta un método para prensar y cizallar virutas de madera impregnadas con placas segmentadas. Las materias primas utilizables en las realizaciones se seleccionan a partir de madera de eucalipto. El documento WO/2014/147293A1 presenta un método para prensar y cizallar virutas de madera impregnadas en la dirección transversal de las fibras de la viruta de madera de modo que se modifique la pared celular.

50 Las publicaciones US4556452, US2013105097 y US2355091 también divulgan métodos de cocción de virutas de madera.

A pesar de los intentos anteriores, sigue existiendo la necesidad en la industria de proporcionar métodos para separar lignina de alto peso molecular y proporcionar pulpa de alta calidad a partir de una fuente de fibra celulósica.

Compendio de la invención

Un objeto es proporcionar un método de cocción respetuoso con el medio ambiente de una fuente de fibra celulósica que proporcione pulpa y lignina de alto peso molecular.

5 Otro objeto es proporcionar un método para producir pulpa a partir de una fuente de fibra celulósica, que consuma una baja cantidad de energía cuando se transforma en pulpa con alto contenido de finos.

Los objetos anteriores se obtienen mediante la invención tal como se define en las reivindicaciones independientes. La presente invención permite disminuir el tiempo de cocción y producir lignina de alto peso molecular. Las realizaciones que se describen en las reivindicaciones dependientes proporcionan ventajas adicionales.

10 En comparación con los procedimientos de cocción de la técnica anterior, tales como el divulgado en el documento PCT/FI2011/050651, las etapas de compresión y desplazamiento en el método de la invención proporcionan mayor rendimiento de lignina y concentración de lignina en el licor extraído, lo que disminuye el consumo de energía en la evaporación del licor negro, como se evidencia en el Ejemplo 6.

15 Las etapas de compresión y desplazamiento aumentan el peso molecular de la lignina producida. El aumento del peso molecular de la lignina recuperada aumenta el valor calorífico de la fracción de lignina recuperada. El Ejemplo 1 muestra resultados de diferentes pulpas de madera y confirma el aumento del peso molecular de la lignina mediante el uso del presente procedimiento.

20 Adicionalmente, el método de cocción según la invención puede mejorar el rendimiento de celulosa del procedimiento de cocción y disminuir el consumo de madera, el tiempo de cocción y la cantidad de agua en la fracción que contiene lignina, lo que da como resultado un menor consumo de energía en la evaporación. Esto se evidencia en los datos que se muestran en el Ejemplo 1.

Utilizando el método de cocción de la invención se obtiene una fracción de lignina de alto peso molecular.

25 La fracción de lignina de alto peso molecular tiene un mayor peso molecular en comparación con la producida según procedimientos anteriores, tales como el divulgado en el documento PCT/FI2011/050651. Los resultados comparativos del Ejemplo 6 también muestran que se puede obtener un mejor rendimiento de lignina y una mayor consistencia utilizando el presente método.

30 Cuando la pulpa se produce según los procedimientos anteriores, tales como el divulgado en el documento PCT/FI2011/050651, las virutas de madera se prensan y se someten a cizalla mediante una placa segmentada en una dirección indefinida de la viruta de madera. Esto aumenta el rizado de la fibra de la pulpa, lo que disminuye el índice de tracción de la pulpa. Cuando la fuente de fibra celulósica es una viruta de madera, la compresión en el presente método se aplica preferiblemente a la viruta de madera en el lado de la viruta de madera que tiene un área superficial mayor, es decir, este es el lado plano del material de madera. Esto da como resultado un menor rizado de la fibra. Los resultados comparativos del Ejemplo 7 muestran que se puede obtener un menor rizado de la fibra utilizando el presente método.

35 La pulpa resultante del método de la invención puede aumentar el contenido de materia seca del cartón después de la sección de prensa en la fabricación de cartones. Adicionalmente, cuando se utiliza dicha en la producción de papel tisú, sorprendentemente aumenta la suavidad del producto tisú.

Adicionalmente, cuando la pulpa resultante del método de la invención se utiliza en la producción de pulpa para aplicaciones de pulpa fluff, la demanda de energía para la formación de fibras en el Molino de martillos disminuye sorprendentemente y el porcentaje de formación de fibras aumenta sorprendentemente. También aumenta sorprendentemente la capacidad de absorción de agua de la pulpa en las que se ha producido la formación de fibras.

40 Sorprendentemente también se ha descubierto que la estabilidad dimensional de los productos de papel decorativo y papeles finos aumenta cuando se ha utilizado pulpa resultante del método de la invención en su producción. Cuando se utiliza dicha pulpa en la producción de papel de filtro, la porosidad del producto de filtrabilidad aumenta sorprendentemente.

De acuerdo con la invención, se proporciona un método para producir pulpa con alto contenido de finos que comprende:

- 45 a. producir pulpa según el método de cocción de la invención; y
b. refinar la pulpa recuperada en la etapa v.

Sorprendentemente se encontró que la cantidad de finos aumentaba cuando se refinaba la pulpa producida según la invención. La pulpa resultante se caracteriza por una gran cantidad de finos o pequeños trozos de constituyentes de la

pared de fibra de celulosa. Los finos o trozos de constituyentes de la pared de fibra de celulosa pueden tener un ancho promedio en número entre 1 nm y 1000 nm. Los finos o trozos de constituyentes de la pared de fibra de celulosa pueden tener una longitud promedio en número entre 1 nm y 4 mm.

5 Las realizaciones de la presente divulgación proporcionan ciertos beneficios. Dependiendo de la realización, se pueden lograr uno o varios de los siguientes beneficios: disminución del consumo de productos químicos, agua, fuente de fibra celulósica y energía; mejora del rendimiento de celulosa, incremento de peso molecular de lignina y mejora del rendimiento de finos elevados en celulosa después del refinado.

Breve descripción de los dibujos

10 La Figura 1 ilustra esquemáticamente un sistema digestor 1 para comprimir lignina a partir de virutas de madera en cocción kraft, que no es parte de la invención.

La Figura 2 ilustra esquemáticamente un sistema digestor 2 para comprimir lignina a partir de virutas de madera en cocción kraft, que no es parte de la invención.

La Figura 3 ilustra el procedimiento esquemático para comprimir las virutas de madera para extraer mediante prensado la lignina.

15 La Figura 4 representa esquemáticamente el procedimiento de desplazamiento del licor negro que contiene lignina de alto peso molecular a partir de virutas de madera comprimidas.

Descripción detallada

20 El presente método y el presente aparato son aplicables en procedimientos Kraft tanto continuos como por lotes. Las fases en los procedimientos de cocción continua de Kraft incluyen prehidrólisis, impregnación, circulación de transferencia y cocción. En los procedimientos de cocción por lotes, el tratamiento de la presente invención se puede realizar en las mismas fases del procedimiento que en el procedimiento continuo, es decir, durante la cocción.

25 Las materias primas adecuadas incluyen cualquier tipo de fuente de fibra celulósica que contenga lignina, tal como material leñoso, material no leñoso y mezclas de los mismos. La fuente de fibra celulósica puede comprender o consistir en partículas, aserrín, trozos o virutas. La fuente de fibra celulósica está preferiblemente en forma de trozos de madera o virutas de madera. Los materiales leñosos incluyen cualquier madera dura, cualquier madera blanda, abedul, álamo temblón, pino, abeto y mezclas de los mismos. Las virutas de madera pueden tratarse o impregnarse en condiciones alcalinas o ácidas antes de su uso en los presentes métodos. Las fibras no leñosas adecuadas incluyen fibras celulósicas distintas de la madera, que son aplicables a la fabricación de pulpa, tales como bagazo y cáñamo.

30 Como se emplea en el presente documento, "prehidrólisis y neutralización" se refiere a la fase de precocción del procedimiento Kraft de fabricación de pulpa química. La fase de prehidrólisis y neutralización se lleva a cabo preferiblemente en un digestor.

35 Como se emplea en el presente documento, "cocción" se refiere a la fase de cocción del procedimiento Kraft de fabricación de pulpa química. La fase de cocción se lleva a cabo preferiblemente en un digestor. Como se emplean en el presente documento, "comprimir" y "comprimir virutas de madera según la invención" se refieren a aplicar, durante la etapa de cocción, un tratamiento de compresión que está convencionalmente ausente en el procedimiento Kraft. En una realización, se aplica fuerza de compresión a la fuente de fibra celulósica parcialmente cocida para crear una fracción de celulosa comprimida y licor negro que comprende lignina de alto peso molecular.

Cuando la fuente de fibra celulósica es una viruta de madera, la compresión se aplica preferiblemente a la viruta de madera en el lado de la viruta de madera que tiene un área superficial mayor, es decir, este es el lado plano del material leñoso.

40 Preferiblemente, el tratamiento de compresión se realiza comprimiendo virutas de madera de modo que todos o sustancialmente todos los espacios vacíos de las virutas de madera se compriman y el licor junto con la lignina dentro de las virutas de madera se encuentren en su totalidad o en una medida significativa (p. ej., más de 50%, 70% o 90%) comprimidos fuera de los espacios vacíos de las virutas de madera. Preferiblemente se aplica compresión para lograr una densidad de virutas de madera comprimidas de 1525 kg/m³.

45 La compresión normalmente se inicia cuando la cocción está de 0 a 40 unidades por encima de un valor kappa deseado que se alcanza en el documento PCT/FI2011/050651 de la técnica anterior. El prensado y el cizallamiento se iniciaron después de que la lignina, las hemicelulosas y la celulosa alcanzaron sus puntos de reblandecimiento, es decir, la compresión se inicia antes de que la viruta de madera durante la cocción alcance un nivel de porosidad inferior a 0,83. En la presente invención, el revestimiento se separa de la pared celular y se desplaza con licor de desplazamiento para recuperarlo.

50

En una realización, la fuente de fibra celulósica se cuece parcialmente cuando se inicia la compresión. La compresión se realiza preferiblemente a la temperatura de cocción, o cerca de ella. La etapa de compresión se puede llevar a cabo dentro del digestor o en un recipiente separado al que se transfiere la fuente de fibra celulósica parcialmente cocida.

5 Los ejemplos no limitantes de medios adecuados para aplicar compresión en la etapa ii. del primer aspecto incluyen cilindros giratorios, un cilindro giratorio en un tubo, un pistón o un tornillo que comprimen la fuente de fibra celulósica. La etapa de compresión se proporciona mediante un espacio que es menor que el ancho de la viruta de madera o varias virutas de madera entre, p. ej., cilindros giratorios y un cilindro giratorio en una tubería en la que el material leñoso gira hacia el lado plano de la materia prima para pasar a través del espacio. Un experto en la técnica puede encontrar fácilmente otros medios para aplicar la compresión como se define anteriormente sobre la fuente de fibra celulósica. Las realizaciones preferibles comprenden medios de compresión que proporcionan una fuente de fibra celulósica comprimida en una forma que se somete fácilmente a la etapa de desplazamiento iii.

15 Por ejemplo, se puede realizar un prensado en columna para proporcionar una columna de sólidos que tenga una consistencia mayor que en el licor de desplazamiento. El prensado de la columna mejora la siguiente etapa de desplazamiento, disminuye el consumo de licor en el desplazamiento y aumenta la concentración de lignina de alto peso molecular en el licor negro desplazado, lo que mejora la recuperación de lignina de alto peso molecular.

El digestor en el que se lleva a cabo la cocción comprende, por ejemplo, un recipiente digestor o dos recipientes digestores. En las figuras esquemáticas Fig. 1 y Fig. 2 se ilustran ejemplos no limitantes de tales sistemas.

20 Como se emplea en el presente documento, licor de cocción significa el licor fresco o recirculado añadido en la fase de cocción al digestor. El licor de cocción comprende una carga alcalina de 10-40% de álcali eficaz como NaOH. En otra realización, el licor de cocción comprende aproximadamente 10%, 25%, 30%, 35% o 40% de álcali eficaz como NaOH. En una realización alternativa, se utiliza KOH para reemplazar NaOH.

Como se emplea en el presente documento, licor negro significa el licor formado durante la cocción cuando los componentes de la fuente de fibra celulósica se disuelven en el licor de cocción. Durante la compresión, el licor negro, junto con la lignina de alto peso molecular, se mueven hacia el exterior de los espacios vacíos.

25 La columna de fuente de fibra celulósica comprimida se puede diluir hasta una consistencia seleccionada del intervalo entre 2 y 35% en peso, tal como 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, o 35% en peso.

30 Después de la compresión, el licor negro es desplazado por el licor de desplazamiento que tiene un contenido de lignina menor que el licor negro. De este modo se desplaza el licor negro del digestor en el que se encuentra la columna que comprende la fracción de celulosa. El desplazamiento se puede realizar mediante contracorriente o paralelo del licor de desplazamiento. En una realización, el licor de desplazamiento comprende una carga alcalina seleccionada del intervalo entre 1% y 40% de álcali eficaz como NaOH. La temperatura durante el desplazamiento se puede seleccionar del intervalo entre 50°C y 200°C. El desplazamiento se puede realizar con una consistencia seleccionada del intervalo entre 5% y 50%.

En una realización, el método comprende prehidrólisis y neutralización opcionales antes de la etapa i.

35 En una realización, la prehidrólisis opcional comprende prehidrolizar una fuente de fibra celulósica con vapor de agua a una temperatura entre 100°C y 200°C y la neutralización se lleva a cabo posteriormente con una carga alcalina seleccionada entre 1% y 25% de álcali eficaz como NaOH.

En una realización, la etapa de prehidrólisis opcional comprende prehidrolizar la fuente de fibra celulósica con vapor de agua a temperaturas entre 100°C y 200°C y después de esa etapa neutralizar con carga alcalina 1%, 3%, 6%, 9%, 15%, 20% o 25% de álcali eficaz como NaOH.

40 Según la invención, en la etapa

i. la fuente de fibra celulósica se cuece hasta un número kappa seleccionado de un intervalo entre 100 y 5, a una temperatura de cocción seleccionada de un intervalo entre 120 y 180°C; y en la etapa

ii. la compresión se realiza a la temperatura de cocción y hasta una consistencia superior a 10% en peso.

45 En una realización, en la etapa i. se utiliza una carga de álcali de 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% o 40% de álcali eficaz como NaOH.

En una realización, la etapa ii. se inicia cuando la concentración de lignina del licor negro es de al menos 15 g/l. En otra realización, la etapa ii. se inicia cuando el valor kappa ha alcanzado 100, 95, 90, 85, 80, 75, 70, 65, 60, 55, 50, 45, 40, 35, 30, 25, 20, 15, 14, 13, 12, 11, 10, 9, 8, 7, 6 o 5 y la concentración de lignina del licor negro es de al menos 15 g/l.

ES 2 959 654 T3

De acuerdo con la invención, en la etapa ii. la presión de compresión aplicada sobre la fuente de fibra celulósica es un valor seleccionado entre 35 kPa y 1000 kPa, tal como 35 kPa, 40 kPa, 45 kPa, 50 kPa, 55 kPa, 60 kPa, 65 kPa, 70 kPa, 75 kPa, 80 kPa, 85, 90 kPa, 95 kPa, 100 kPa, 200 kPa, 250 kPa, 300 kPa, 400 kPa, 500 kPa, 600 kPa, 700 kPa, 800 kPa, 900 o 1000 kPa. El contenido de materia seca objetivo de la fuente de fibra celulósica en la compresión es preferiblemente más de 10% en peso, tal como un valor seleccionado del intervalo entre 10% y 99% en peso, preferiblemente entre 30% y 99% en peso, y más preferiblemente entre 50% y 99% en peso, tal como 10%, 11%, 12%, 13%, 14%, 15%, 16%, 17%, 18%, 19%, 20%, 25%, 30%, 35%, 40%, 45%, 50%, 55%, 60%, 65%, 70%, 75%, 80%, 85%, 90%, 95%, 96%, 97%, 98%, o 99% en peso. La presión aplicada en la etapa ii. puede seleccionarse según sea apropiado para obtener cualquier contenido práctico de materia seca superior a 10%. De acuerdo con la invención, la etapa iii. comprende prensar la fuente de fibra celulósica en el licor negro con una presión seleccionada del intervalo entre 1 y 250 kPa para formar una columna de sólidos que tiene una consistencia de al menos 5% en peso, seguido de desplazamiento del licor negro con un licor de desplazamiento que tiene un contenido de lignina menor que en el licor negro. Los ejemplos no limitantes de presiones adecuadas para alcanzar el valor de consistencia objetivo seleccionado son 1 kPa, 2 kPa, 3 kPa, 4 kPa, 5 kPa, 6 kPa, 7 kPa, 8 kPa, 9 kPa, 10 kPa, 20 kPa, 30 kPa, 40 kPa, 50 kPa, 60 kPa, 70 kPa, 80 kPa, 90 kPa, 100 kPa, 110 kPa, 120 kPa, 130 kPa, 140 kPa, 150 kPa, 160 kPa, 170 kPa, 180 kPa, 190 kPa, 200 kPa, 210 kPa, 220 kPa, 230 kPa, 240 kPa y 250 kPa. Los ejemplos no limitantes de valores de consistencia adecuados son 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10% 15%, 20%, 25%, 30%, 35%, 40%, 45% y 50% en peso.

En una realización, el prensado, cuando se utiliza en la etapa iii. del primer aspecto, se lleva a cabo mediante el uso de un tornillo, una bomba o un alimentador de alta presión.

En una realización, la presión aplicada en la etapa iii. es menor que en la etapa ii.

En una realización, la fuente de fibra celulósica comprende o consiste en virutas de madera, preferiblemente virutas de madera blanda o dura, tales como eucalipto, pino o abeto.

En una realización, la fuente de fibra celulósica comprende o consiste en virutas de madera y las virutas de madera se comprimen en la etapa ii. a una densidad seleccionada del intervalo entre 350 kg/m³ y 2000 kg/m³, preferiblemente entre 350 kg/m³ y 1525 kg/m³, tal como 350 kg/m³, 360 kg/m³, 370 kg/m³, 380 kg/m³, 390 kg/m³, 400 kg/m³, 410 kg/m³, 420 kg/m³, 430 kg/m³, 440 kg/m³, 450 kg/m³, 460 kg/m³, 470 kg/m³, 480 kg/m³, 490 kg/m³, 500 kg/m³, 550 kg/m³, 600 kg/m³, 650 kg/m³, 700 kg/m³, 750 kg/m³, 800 kg/m³, 850 kg/m³, 900 kg/m³, 950 kg/m³, 1000 kg/m³, 1050 kg/m³, 1100 kg/m³, 1150 kg/m³, 1200 kg/m³, 1250 kg/m³, 1300 kg/m³, 1350 kg/m³, 1400 kg/m³, 1450 kg/m³, 1500 kg/m³, 1520 kg/m³, 1525 kg/m³, 1550 kg/m³, 1600 kg/m³, 1650 kg/m³, 1700 kg/m³, 1750 kg/m³, 1800 kg/m³, 1850 kg/m³, 1900 kg/m³, 1950 kg/m³ o 2000 kg/m³. En una realización, la fuente de fibra de celulosa comprende o consiste en virutas de madera y la compresión se aplica al área más grande de la superficie de la viruta de madera o, generalmente, a un lado plano de una partícula.

En una realización, el licor de desplazamiento tiene una carga de álcali seleccionada de un intervalo entre 1% y 40% como álcali eficaz en la fuente de fibra celulósica, preferiblemente entre 10% y 30%, más preferiblemente entre 15% y 25%, tal como 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% o 40% de álcali eficaz como NaOH.

En una realización, el desplazamiento se lleva a cabo a una temperatura seleccionada de un intervalo entre 70°C y 200°C, preferiblemente entre 100°C y 185°C, más preferiblemente entre 140°C y 165°C, tal como 70°C, 75°C, 80°C, 85°C, 90°C, 95°C, 100°C, 105°C, 110°C, 115°C, 120°C, 125°C, 130°C, 135°C, 140°C, 145°C, 150°C, 155°C, 160°C, 165°C, 170°C, 175°C, 180°C, 185°C, 190°C, 195°C o 200°C.

En una realización, el desplazamiento se lleva a cabo desplazando el licor negro con el licor de desplazamiento con una velocidad del licor de desplazamiento seleccionada de un intervalo entre 0,35 mm/s y 35 mm/s, tal como 0,35 mm/s, 0,4 mm/s, 0,45 mm/s, 0,5 mm/s, 0,6 mm/s, 0,7 mm/s, 0,8 mm/s, 0,9 mm/s, 1 mm/s, 2 mm/s, 3 mm/s, 4 mm/s, 5 mm/s, 6 mm/s, 7 mm/s, 8 mm/s, 9 mm/s, 10 mm/s, 15 mm/s, 20 mm/s, 25 mm/s, 30 mm/s, 31 mm/s, 32 mm/s, 33 mm/s, 34 mm/s o 35 mm/s.

En una realización, la temperatura y la carga alcalina no cambian entre las etapas de cocción y compresión.

En una realización, la porosidad de la columna es al menos 0,25. En una realización, el desplazamiento se lleva a cabo hasta una consistencia seleccionada de un intervalo entre 6% y 15% en peso, tal como 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13%, 14% o 15% en peso.

En una realización de desplazamiento, se utiliza un tamiz de desplazamiento para separar la fracción de lignina de la fracción que contiene celulosa. En una realización, el tamiz de desplazamiento es una placa equipada con ranuras u orificios, que permite que el licor pase pero la materia prima permanezca en la columna. En una realización, la fuente de fibra de celulosa cocida se diluye hasta una consistencia seleccionada entre 2% y 35% en peso, tal como 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 7%, 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13%, 14%, 15%, 20%, 25%, 30%, 31%, 32%, 33%, 34% o 35% en peso.

El refinado se puede llevar a cabo mediante un refinador de pulpa, tal como un refinador de pulpa cónico, un refinador de pulpa de disco o un colisionador de masa Masuko.

El procedimiento del digestor y el sistema digestor se explican con referencia a la Fig. 1. Se utilizan virutas de madera como ejemplo de fuente de fibra celulósica cuando se hace referencia a las Fig. 1 a 4. Las virutas de madera que pueden impregnarse primero con productos químicos de cocción con una carga alcalina eficaz de 1% a 40% como NaOH se mueven mediante el flujo 1 a un digestor 2 a temperatura de 70°C -200°C. Después de la cocción en el digestor 2 al número kappa 8-100, las virutas pasan a través de un compresor 3 que comprime las virutas de madera, realizado con una presión seleccionada entre 35 kPa y 1000 kPa, para obtener un contenido de materia seca de virutas de madera superior a 10%. Después de comprimir las virutas de madera se prensan en una columna en una zona de desplazamiento 4 con una presión seleccionada entre 1 kPa y 250 kPa, preferiblemente 2 kPa a 150 kPa, lo más preferiblemente 5 kPa a 35 kPa. El licor de desplazamiento se puede añadir al recipiente de desplazamiento a través de al menos una conexión de fluido 10 que tiene una entrada al recipiente de desplazamiento. La consistencia del desplazamiento en la zona de desplazamiento 4 de las virutas de madera puede ser superior a 5% para disminuir la cantidad de agua en el licor negro, que contiene la lignina de alto peso molecular. La temperatura del licor de desplazamiento en la zona de desplazamiento 4 en licores 7 en contracorriente o en paralelo está entre 70°C y 200°C. La carga de álcali en los licores 7 en contracorriente o en paralelo como álcali eficaz está entre 1% y 40% como NaOH. La velocidad del licor de desplazamiento de los licores 7 en contracorriente o en paralelo está entre 0,35 mm/s y 35 mm/s con respecto a la velocidad de la columna de virutas formada en la zona de desplazamiento 4 por la acción del compresor 3. Las virutas de madera cocidas se diluyen en una zona de dilución 8 hasta una consistencia entre 2-35%. El producto desplazado de lignina de alto peso molecular se extrae en el flujo de extracción 5 en el caso de contracorriente; y en el caso paralelo por un flujo de extracción 6. Experimentalmente, se ha demostrado que esto aumenta el peso molecular de la lignina. Adicionalmente, dichos experimentos también han demostrado un alto rendimiento de cocción para la lignina obtenida mediante el presente procedimiento y el presente aparato. El producto de celulosa 9 se descarga desde la zona de desplazamiento a través de la zona de dilución 8.

El procedimiento de dos digestores y un sistema digestor se explica con referencia a la Fig. 2. Las virutas de madera se utilizan como ejemplo de fuente de fibra celulósica cuando se hace referencia a la Fig. 2. Las virutas de madera que pueden impregnarse primero con productos químicos de cocción con una carga de álcali eficaz de 1% a 40% como NaOH se mueven mediante el flujo 1 a una unidad digestora 2' a una temperatura de 70°C a 200°C. Después de cocer en la unidad digestora 2' hasta el número kappa 8-100, las virutas de madera se transfieren a través de una línea de transferencia 3A al recipiente de desplazamiento separado 4 con una unidad de compresión 3B en la parte superior del recipiente de desplazamiento 4. Las virutas pasan a través de la compresión que se lleva a cabo con una presión seleccionada del intervalo entre 35 kPa y 1000 kPa o de modo que el contenido de materia seca de las virutas de madera sea superior a 10% en peso. Después de la compresión, las virutas de madera se prensan en una columna en el recipiente de desplazamiento 4 con una presión de 1 kPa a 250 kPa. La consistencia del desplazamiento en el recipiente de desplazamiento 4 de las virutas de madera puede ser superior a 5% para disminuir la cantidad de agua en el licor negro, que contiene la lignina de alto peso molecular. El licor de desplazamiento se puede añadir al recipiente de desplazamiento a través de al menos una conexión de fluido 10, 10' que tiene una entrada en el recipiente de desplazamiento. La temperatura del licor de desplazamiento en el recipiente de desplazamiento 4 en los licores 7 en contracorriente o en paralelo está entre 70°C y 200°C. La carga de álcali en los licores 7 en contracorriente o en paralelo como álcali eficaz se selecciona del intervalo entre 1% y 40% de álcali eficaz como NaOH. La velocidad del licor de desplazamiento de los licores 7 en contracorriente o en paralelo está entre 0,35 mm/s y 35 mm/s con respecto a la velocidad de la columna de virutas en la zona de desplazamiento 4. Las virutas de madera cocidas se diluyen en la zona de dilución 8 hasta una consistencia entre 2%-35%. El producto desplazado de lignina de alto peso molecular se extrae mediante el flujo de extracción 5 en el caso de contracorriente y, en el caso paralelo, mediante el flujo de extracción 6. Experimentalmente, ahora se ha demostrado que esto aumenta el peso molecular de la lignina en la producción de lignina. Adicionalmente, dichos experimentos también han demostrado un alto rendimiento de cocción para la lignina obtenida mediante el método de la presente invención. La celulosa 9 se descarga desde la zona de desplazamiento 7 a través de una zona de dilución 8.

En la Fig. 3 se presenta una unidad compresora 300. Las virutas de madera se alimentan a la compresión 200 mediante alimentación, realizándose la alimentación, p. ej., mediante alimentador de tornillo, de bomba o de alta presión. La compresión en la zona de compresión 200 se puede llevar a cabo alimentando 100 virutas de madera a través de, p. ej., dos cilindros giratorios, un cilindro giratorio en un tubo, o un pistón o tornillo, o cualquier otro medio de compresión que comprima las virutas con una presión seleccionada entre 35 kPa y 1.000 kPa de manera que las virutas de madera se compriman hasta una densidad entre 350 kg/m³ y 1.525 kg/m³, preferiblemente entre 650 kg/m³ y 1.525 kg/m³, lo más preferiblemente entre 800 kg/m³ y 1.520 kg/m³. A continuación, las virutas de madera se descargan a 400, por ejemplo con un alimentador de tornillo, de bomba o de alta presión desde la compresión 200.

En la Fig. 4 se presenta una zona de desplazamiento. La fuente de fibra celulósica del compresor se presiona en una columna en la zona de desplazamiento 210 con una presión seleccionada del intervalo entre 1 y 250. Esto se puede

realizar, p. ej., mediante un alimentador de tornillo, de bomba o de alta presión desde la compresión. La consistencia del desplazamiento en la zona de desplazamiento 210 de las virutas de madera es preferiblemente superior a 10% para disminuir la cantidad de agua en el licor negro, que contiene la lignina de alto peso molecular. La temperatura del licor de desplazamiento en la zona de desplazamiento 210 en los licores en contracorriente o en paralelo (signo de referencia 710 u 810, respectivamente) se selecciona del intervalo entre 70 y 200°C. La carga de álcali en los licores en contracorriente o en paralelo (signo de referencia 710 u 810) como álcali eficaz se selecciona del intervalo entre 1% y 40% como NaOH, preferiblemente entre 1% y 30%, más preferiblemente entre 1% y 30% más preferiblemente entre 1 y 25%, y lo más preferiblemente entre 1% y 15%. La velocidad del licor de desplazamiento de los licores en contracorriente o en paralelo (signo de referencia 710 u 810) está entre 0,35 mm/s y 35 mm/s con respecto a la velocidad de la columna de virutas en la zona de desplazamiento 210. El producto desplazado de la lignina de alto peso molecular se extrae, flujo 510, en el caso de contracorriente y en el caso paralelo mediante el flujo de extracción 610. El recipiente está preferiblemente provisto de tamices de extracción para mantener los productos de lignina y celulosa en flujos separados. Las virutas de madera cocidas se diluyen en la zona de dilución 310 hasta una consistencia entre 2% y 35%, preferiblemente entre 5% y 20%, más preferiblemente entre 8% y 12%. El producto de celulosa se descarga desde la zona de desplazamiento 210 a través de una zona de dilución 310 y puede deslignificarse adicionalmente, p. ej., con oxígeno y/o blanquearse hasta un nivel de brillo objetivo requerido por el producto final. El blanqueo se puede realizar con dióxido de cloro, peróxido o extracción alcalina.

Ejemplos

Los efectos que se pueden obtener mediante realizaciones del método de la invención se prueban mediante los siguientes experimentos, que no deben considerarse limitantes del alcance de la invención. Con la abreviatura REF se hace referencia a métodos convencionales, es decir, cocción kraft sin etapa de compresión según la invención. REF se compara con un procedimiento según la invención con etapa de compresión (abreviatura COM).

Ejemplo 1

En este ejemplo se midió el aumento de peso molecular de la lignina del licor negro y el tiempo de cocción hasta un número kappa constante. Se produjeron pulpas de madera de eucalipto y de pino tanto según la invención (COM) como como referencia (REF), convencionalmente con cocción a 165°C con 20% de carga alcalina de eucalipto (como NaOH) y 25% de carga alcalina de pino y eucalipto (como NaOH). Los resultados se muestran en la tabla 1. Las virutas de madera se comprimieron dentro de un recipiente de laboratorio equipado con un pistón con una presión de 263 kPa y la presión de la columna de virutas fue de 6 kPa con una velocidad del licor de lavado de 1,1 mm/s.

Tabla 1.

Muestra	Pm Lignina	Disminución tiempo de cocción, min
Eucalipto REF	2300	-
Pino REF	2110	-
Eucalipto COM	3600	36 min
Pino COM	4100	25 min

Según la tabla 1, el peso molecular de la lignina aumenta y el tiempo de cocción disminuye cuando la cocción se realiza según la invención.

Ejemplo 2

En este ejemplo de suavidad de láminas de celulosa medida con un Analizador de Suavidad para Tissue, mediante un dispositivo EMTEC, se produjeron pulpas de madera de eucalipto y de pino tanto según la invención (COM) como como referencia (REF), convencionalmente con cocción a 165°C con 20% de carga alcalina de eucalipto (como NaOH) y 25% de carga alcalina de pino y eucalipto (como NaOH). Las pulpas se deslignificaron adicionalmente con oxígeno y se blanquearon hasta alcanzar un brillo de ISO 90. Los resultados se muestran en la tabla 2. Las virutas de madera se comprimieron con una presión de 263 kPa. Las virutas de madera se comprimieron con una presión de 263 kPa y la presión de la columna de virutas fue de 6 kPa con una velocidad del licor de lavado de 1,1 mm/s.

Tabla 2.

Muestra	Suavidad al Tacto TSA, EMTEC
Eucalipto REF	24
Pino REF	17
Eucalipto COM	41
Pino COM	35

Según la tabla 2, la suavidad al tacto de la lámina de celulosa aumenta cuando la cocción se realiza según la invención.

Ejemplo 3

- 5 En este ejemplo se produjeron pulpas de madera de eucalipto y pino tanto según la invención (COM) como como referencia (REF), convencionalmente con cocción a 165°C con 20% de carga alcalina de eucalipto (como NaOH) y 25% de carga alcalina de pino y eucalipto (como NaOH). Los resultados se muestran en la tabla 3. Las virutas de madera se comprimieron con una presión de 263 kPa y la presión de la columna de virutas fue de 6 kPa con una velocidad del licor de lavado de 1,1 mm/s. Las láminas húmedas se prensaron con un dispositivo MTS para simular la sequedad después de una sección de prensa de una máquina de papel.
- 10

Tabla 3.

Muestra	Contenido de materia seca, (%)
Eucalipto REF	46
Pino REF	48
Eucalipto COM	49
Pino COM	51

Según la tabla 3, la materia seca de la lámina de celulosa aumenta cuando la cocción se realiza según la invención.

Ejemplo 4

- 15 En este ejemplo se produjeron pulpas de madera de eucalipto y pino tanto según la invención (COM) como como referencia (REF), convencionalmente con cocción a 165°C con 20% de carga alcalina de eucalipto (como NaOH) y 25% de carga alcalina de pino y eucalipto (como NaOH). Los resultados se muestran en la tabla 4. Las virutas de madera se comprimieron con una presión de 263 kPa y la presión de la columna de virutas fue de 6 kPa con una velocidad del licor de lavado de 1,1 mm/s. Las pulpas se refinaron con un colisionador de masas Masuko (1 pasada) y el contenido de finos se midió con Kajaani FS-300.
- 20

Tabla 4.

Muestra	Contenido de Finos, (%)
Eucalipto REF	11
Pino REF	10
Eucalipto COM	26
Pino COM	35

Según la tabla 4, el contenido de finos de celulosa aumenta cuando la cocción se realiza según la invención.

Ejemplo 5

5 En este ejemplo se midieron los rendimientos de pulpa, se produjeron pulpas de madera de eucalipto y pino tanto según la invención (COM) como como referencia (REF), convencionalmente con cocción a 165°C con 20% de carga alcalina de eucalipto (como NaOH) y 25% de carga alcalina de pino y eucalipto (como NaOH). Los resultados se muestran en la tabla 5. Las virutas de madera se comprimieron con una presión de 263 kPa y la presión de la columna de virutas fue de 6 kPa con una velocidad del licor de lavado de 1,1 mm/s.

Tabla 5.

Muestra	Rendimiento de cocción,%
Eucalipto REF, kappa 17	51
Pino REF, kappa 28	47
Eucalipto COM, kappa 17	52,3
Pino COM, kappa 28	48,1

Según la tabla 5, el rendimiento de cocción aumenta cuando la cocción se realiza según la invención.

10 Ejemplo 6

En este ejemplo, el rendimiento y la consistencia de la lignina se compararon con el método de cocción previo divulgado en el documento PCT/FI2011/050651 (Prev.) después de la cocción. En las muestras COM, las virutas de madera se comprimieron con una presión de 263 kPa y la presión de la columna de virutas fue de 6 kPa con una velocidad del licor de lavado de 1,1 mm/s. En la técnica anterior no se utilizaba compresión.

15

Tabla 6.

Muestra	Rendimiento de Lignina, % de madera	Consistencia de Lignina, (%)
Eucalipto Prev., kappa 17	22%	8
Pino Prev., kappa 28	14,1%	6
Eucalipto COM, kappa 17	24%	12
Pino COM, kappa 28	16%	8

Como confirman los resultados, el presente método mejora el rendimiento y la consistencia de la lignina recuperada de ambas materias primas y con diferentes valores kappa.

Ejemplo 7

20 En este ejemplo, el rizado de la fibra (medido con un Aparato de Prueba de Fibras) se comparó con el método de cocción previo divulgado en el documento PCT/FI2011/050651 (anterior) después de la cocción.

Tabla 7.

Muestra	Rizado,%
Eucalipto Prev., kappa 17	18
Pino Prev., kappa 28	20
Eucalipto COM, kappa 17	12
Pino COM, kappa 28	14

Como confirman los resultados, el presente método mejora el rizado de la fibra tanto de materias primas como con diferentes valores kappa.

Ejemplo 8

5 En este ejemplo, la reactividad de la celulosa se midió con la prueba de reactividad de Fock para pulpas de madera de eucalipto y pino que se produjeron con etapas opcionales de prehidrólisis y neutralización tanto según la invención (COM) como como referencia (REF), convencionalmente con cocción a 165°C con 20% de carga alcalina de eucalipto (como NaOH) y 25% de carga alcalina de pino y eucalipto (como NaOH). Los resultados se muestran en la tabla 5. Las virutas de madera se comprimieron con una presión de 263 kPa y la presión de la columna de virutas fue de 6 kPa con una velocidad del licor de lavado de 1,1 mm/s.

10

Tabla 8.

Muestra	Reactividad Fock, %
Eucalipto REF	48
Pino REF	45
Eucalipto COM	68
Pino COM	62

Como confirman los resultados, el presente método mejora la reactividad de ambas materias primas.

15 La descripción anterior ha proporcionado, a modo de ejemplos no limitantes de implementaciones y realizaciones particulares de la invención, una descripción completa e informativa del mejor modo actualmente contemplado por el autor inventor para llevar a cabo la invención.

Además, algunas de las características de las realizaciones de esta invención divulgadas anteriormente se pueden utilizar ventajosamente sin el uso correspondiente de otras características. Como tal, la descripción anterior se considerará meramente ilustrativa de los principios de la presente invención, y no limitante de los mismos. Por lo tanto, el alcance de la invención sólo está restringido por las reivindicaciones de patente adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un método de cocción para la producción de lignina de alto peso molecular y pulpa que comprende:
 - i. cocer una fuente de fibra celulósica que comprende virutas de madera en un licor de cocción a una temperatura seleccionada del intervalo entre 120°C y 180°C a un número kappa seleccionado del intervalo entre 100 y 5;
 - 5 ii. comprimir la fuente de fibra de celulosa para proporcionar a la temperatura de cocción y a una consistencia superior a 10% con una presión seleccionada del intervalo entre 35 kPa y 1.000 kPa, para proporcionar una fracción de celulosa comprimida en un licor negro que comprende lignina de alto peso molecular;
 - 10 iii. desplazar el licor negro con un licor de desplazamiento prensando la fuente de fibra celulósica de en el licor negro con una presión seleccionada del intervalo entre 1 kPa y 250 kPa para formar una columna que tiene una consistencia de al menos 5% en peso, seguido de desplazamiento del licor negro con un licor de desplazamiento que tiene un contenido de lignina inferior al del licor negro;
 - iv. recuperar la fracción de lignina de alto peso molecular del licor negro y del licor de desplazamiento;
 - v. y recuperar pulpa de la fracción de celulosa comprimida.
- 15 2. El método de la reivindicación 1, que comprende prehidrólisis y neutralización antes de la etapa i; en donde la prehidrólisis comprende prehidrolizar una fuente de fibra celulósica con vapor de agua a temperaturas entre 100°C y 200°C y la neutralización se lleva a cabo posteriormente con una carga alcalina seleccionada entre 1% y 25% de álcali eficaz como NaOH.
3. El método de cocción de una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en donde en la etapa i. se utiliza una carga alcalina de 10%, 15%, 20%, 25, 30%, 35% o 40% de álcali eficaz como NaOH.
- 20 4. El método de cocción de la reivindicación 1, en donde la presión aplicada en la etapa iii. es menor que la de la etapa ii.
5. El método de cocción de una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde la fuente de fibra celulósica consiste en virutas de madera.
6. El método de cocción de la reivindicación 5, en donde las virutas de madera se comprimen en la etapa ii. a una densidad seleccionada del intervalo entre 350 kg/m³ y 1.525 kg/m³.
- 25 7. El método de cocción de la reivindicación 5 o 6, en donde se aplica compresión al área más grande de la superficie de la viruta de madera.
8. El método de cocción de una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en donde el licor de desplazamiento tiene una carga alcalina seleccionada del intervalo entre 1% y 40% como álcali eficaz sobre la fuente de fibra celulósica.
- 30 9. El método de cocción de una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en donde el desplazamiento se lleva a cabo a una temperatura seleccionada del intervalo entre 70°C y 200°C.
10. El método de cocción de una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en donde el desplazamiento se lleva a cabo desplazando el licor negro con una velocidad del licor de desplazamiento seleccionada del intervalo entre 0,35 mm/s y 35 mm/s.
- 35 11. El método de cocción de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en donde la temperatura y la carga alcalina no cambian entre las etapas de cocción y compresión.
12. Un método para producir pulpa con alto contenido de finos, que comprende
 - a. producir pulpa según el método de cocción de una cualquiera de las reivindicaciones 1-11 y
 - b. refinar la pulpa recuperada en la etapa v.

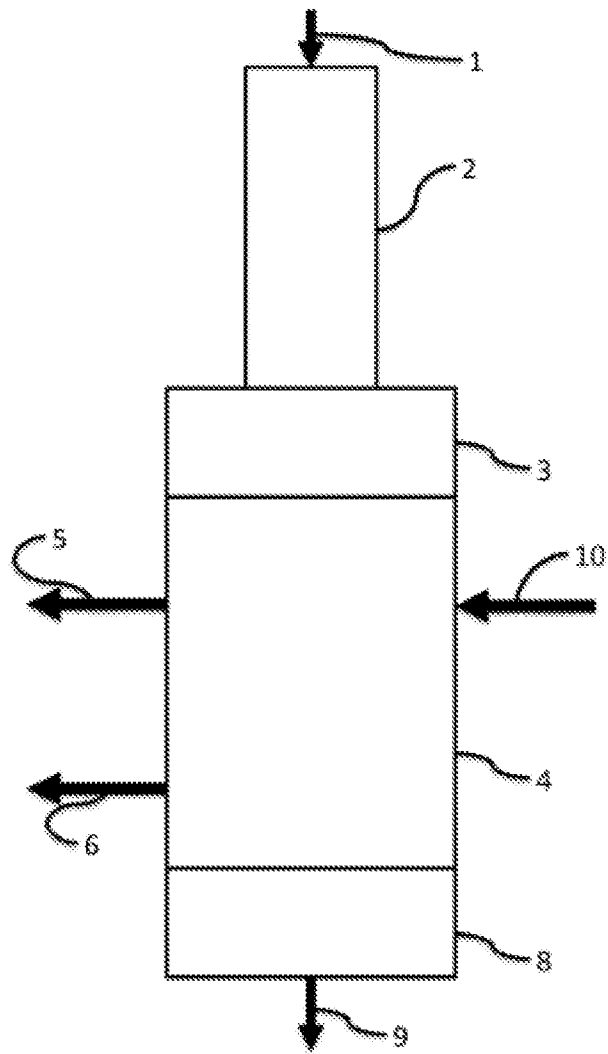


Fig. 1

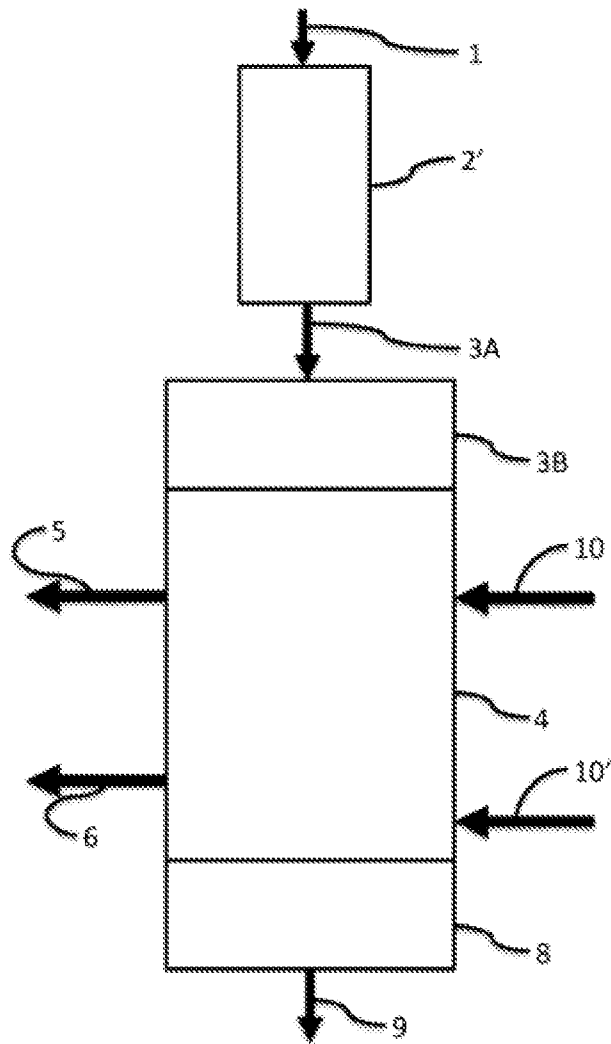


Fig. 2

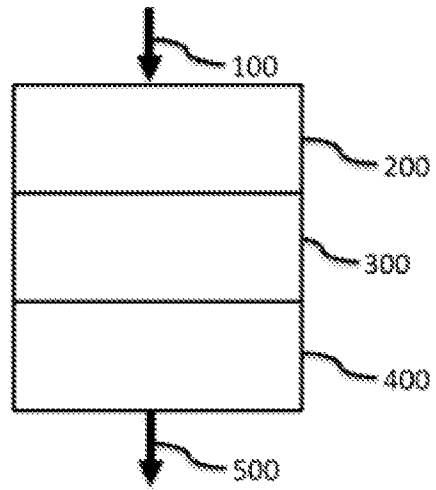


Fig. 3

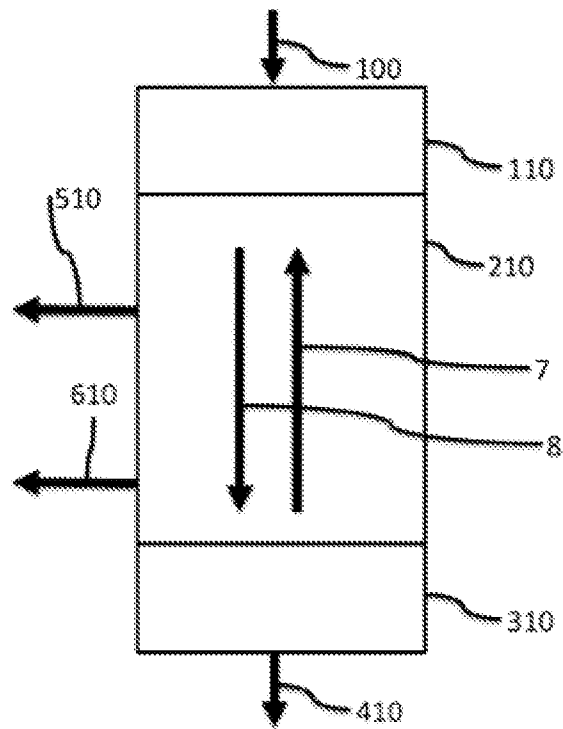


Fig. 4