

Doctor:
JOSÉ LUIS SALAZAR
Director de Nuevas Creaciones
Superintendencia de Industria y Comercio
E. S. D.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-086711- -00005-0000

Fecha: 2013-02-28 16:02:13 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 523 RESPUESTA Folios: 15

REFERENCIA: Expediente 11-86711 PATENTE DE INVENCION
ASUNTO: Respuesta a requerimiento Art. 45 DA 486/2000.

“MÉTODO PARA PRODUCIR FIBRAS DE CELULOSA Y DE HEMICELULOSA DE ALTA RESISTENCIA A PARTIR DE BIOMASA LIGNOCELULÓSICA DE LAS HOJAS Y COGOLLOS DE LA CAÑA DE AZÚCAR”

1. **FELIPE EDUARDO FIGUEROA CARDOZO**, identificado como aparece al pie de mi firma, abogado en ejercicio, portador de la Tarjeta Profesional No. 140.243 expedida por el Consejo Superior de la Judicatura, actuando en nombre y representación de la UNIVERSIDAD DEL VALLE, solicitante de la patente de invención **“MÉTODO PARA PRODUCIR FIBRAS DE CELULOSA Y DE HEMICELULOSA DE ALTA RESISTENCIA A PARTIR DE BIOMASA LIGNOCELULÓSICA DE LAS HOJAS Y COGOLLOS DE LA CAÑA DE AZÚCAR”**, radicada en el Expediente 11-86711, procedo a dar contestación al auto dictado por ese Despacho, Oficio 21713 notificado por fijación en lista de fecha 04/12/2012.

2. De la solicitud de patente.

2.1 Reivindicaciones

Con el ánimo de subsanar la objeción indicada por la experta media en la materia, se presenta a su consideración un nuevo pliego reivindicatorio que consta de cuatro (4) cláusulas, las cuales, cumplen a cabalidad con las reglas de concisión que rigen la presentación del capítulo reivindicatorio.

En estas condiciones, siguiendo las directrices elaboradas por la señora examinadora, se eliminó en la reivindicación independiente 1 el siguiente texto: *“Alcanzar un rendimiento de celulosa mayor al 50% y de lignina de 5 a 7%, una longitud de fibra en el rango de 1.5 a 2.7 mm, longitud de ruptura (km) de 7.0-8.9, un índice de explosión (kPam²/g) de 4.5-7.2 e índice de rasgado (mNm²/g) de 8.2-8.9”*, puesto que se considera un resultado a obtener.

En este mismo sentido, en la nueva Reivindicación independiente 1 se especifican los términos que en la reivindicación 1 originalmente presentada aparecían generalizados. En efecto, el término “solventes” fue reemplazado por la caracterización de los mismos, es decir, la indicación que dichos solventes corresponden a agua, etanol y glicerol.

A su vez, el término generalizado “catalizadores específicos” se limitó en la nueva reivindicación independiente 1 a los catalizadores efectivamente empleados en el proceso, esto es, soda en el rango de 2 a 3% p/p, KOH en el rango de 0.1 a 1% p/p y sulfato de sodio 0.5-1.5% p/p.

De igual forma, se eliminó la expresión “preferiblemente” en las nuevas reivindicaciones dependientes 2 y 3 que corresponden a las reivindicaciones 5 y 8 originalmente presentadas. Así mismo, se convirtieron las unidades de presión al Sistema Internacional de Unidades.

En lo que respecta a las reivindicaciones de producto, se presenta a consideración de la Señora Examinadora una sola reivindicación.

Ahora bien, con relación a la manifestación elaborada por la Señora Examinadora, según la cual, *“Las reivindicaciones 4 y 5 no son claras porque el material de pulpa, no debería estar caracterizado solamente por sus parámetros, si es posible definirlo de otra manera”*, resulta pertinente aclarar que las condiciones de longitud de fibra, longitud de ruptura, índice de explosión e índice de rasgado de la pulpa, configuran en sí mismas características de constitución de la fibra.

Al respecto, respetuosamente se solicita a la Señora Examinadora tener en cuenta en el presente análisis de fondo que las normas técnicas que rigen las fibras utilizadas en la industria para la producción de papel, esto es, las normas TAPPI (www.tappi.org), establecen como características constitutivas de las fibras de papel y corrugado las siguientes:

- Tensile strength
- Bursting strength
- Tearing Resistance
- Folding Endurance

En estas condiciones, es dable concluir que las normas técnicas que rigen la industria de producción de papel y corrugado definen la constitución de las fibras por sus características de longitud (fibras largas o cortas), al igual que por sus propiedades mecánicas de resistencia, es decir, “tensil”, “rasgado” y “mullen o estallido”.

De igual forma, estas normas definen a las fibras por los grados de deslignificación, los cuales, al ser muy generales, impiden caracterizar el producto en una mejor forma, esto es debido a que todas las fibras de material vegetal están constituidas por cadenas de celulosa. Lo que varía entre las plantas es la longitud de las mismas y el contenido de otros componentes, como la lignina, las hemicelulosas, metabolitos secundarios, ceras y aceites.

Conforme a lo anteriormente expuesto en la reivindicación única de producto, esto es, la nueva reivindicación dependiente 4, se caracteriza la fibra obtenida por su contenido de celulosa y su contenido de lignina, al igual que por su longitud de fibra, longitud de ruptura, su Índice de explosión y su Índice de rasgado, acorde a las directrices internacionales establecidas por la Organización Tappi.

Al respecto, cabe aclarar que TAPPI es una sociedad profesional de *“científicos e ingenieros del papel, el corrugado y las industrias relacionadas. Ofrece conferencias, seminarios, exposiciones, libros, videos, la publicación mensual Paper360 y también TAPPI JOURNAL, comunidades técnicas y otros productos y servicios para el desarrollo profesional. TAPPI es una organización exenta de impuestos y sin ánimo de lucro con sede en Atlanta, Estados Unidos. Fundada en 1915, ha llegado a agrupar 10.000 socios de todo el mundo. La mayoría de los afiliados son profesionales en la industria del papel o los empaques. TAPPI cubre tres campos principales: celulosa y papel, empaques de corrugado y empaques de papel sintético (polímeros, laminaciones, recubrimientos, etc.)”* (www.tappi.org).

En conclusión, se presentan en el nuevo capítulo reivindicatorio las reivindicaciones de procedimiento redactadas de manera independiente a la reivindicación de producto, haciendo la salvedad que la modificación planteada en este pliego no constituye ampliación de la materia inicialmente divulgada:

Nueva reivindicación 1	[Nueva reivindicación 1 que reemplaza la reivindicación 1 originalmente presentada] La nueva reivindicación 1 elimina las ventajas y resultados a alcanzar de las etapas del proceso. Incluye en la etapa b) la reivindicación 2 originalmente presentada y en la etapa f) la reivindicación 3 originalmente presentada.
Nueva Reivindicación 2	[Nueva reivindicación 2 que reemplaza la reivindicación 2 originalmente presentada] La nueva reivindicación 2 corresponde a la reivindicación 5 originalmente presentada
Nueva reivindicación 3	[Nueva reivindicación 3 que reemplaza la reivindicación 3 originalmente presentada] La nueva reivindicación 3 corresponde a la reivindicación 8 originalmente presentad.
Nueva reivindicación 4	[Nueva reivindicación 4 que reemplaza la reivindicación 4 originalmente presentada] La nueva reivindicación 4 corresponde a la reivindicación independiente de producto

3. Descripción.

Se presenta a consideración de la Señora Examinadora un nuevo capítulo descriptivo de la invención con la conversión de las unidades de presión al Sistema Internacional de Unidades, que reemplaza a los Folios 15, 16, 18, 21 y 22 originalmente presentados.

4. Anexos

- i) Copia del nuevo capítulo reivindicatorio compuesto por cuatro (4) cláusulas que reemplaza el anteriormente presentado y en el cual se han acogido la totalidad de las recomendaciones formuladas por la señora examinadora.
- ii) Copia del capítulo descriptivo de la invención con la conversión de las unidades de presión al Sistema Internacional de Unidades, que reemplaza a los Folios 15, 16, 18, 21 y 22 originalmente presentados.

5. PETICIÓN

En virtud de lo anteriormente expuesto, ruego a usted proceder a estudiar nuevamente el capítulo reivindicatorio y, en consecuencia, conceder el título de patente de invención.

Atentamente,



FELIPE EDUARDO FIGUEROA CARDOZO
C.C. 16.940.582
T.P. 140243 C.S de la J.

CAPÍTULO REIVINDICATORIO MODIFICADO

1. Método para la producción de fibras de celulosa y hemicelulosa a partir de biomasa lignocelulósica obtenida de las hojas y cogollos de la caña de azúcar que comprende las etapas de:

- a) Disminuir el tamaño de partícula de la biomasa lignocelulósica hasta un rango entre 3 y 15 mm,
- b) Someter el producto obtenido en la etapa a) a un tratamiento con una mezcla de agua y etanol o glicerol que incorpora soda en el rango de 2 a 3% p/p, KOH en el rango de 0.1 a 1% p/p y sulfato de sodio 0.5-1.5% p/p, a una temperatura entre 383 a 403 °K, con una relación licor : fibra seca de entre 7-8,5:1, durante un tiempo de 5 a 40 min.
- c) Hacer descompresión súbita hasta presión atmosférica en un reactor.
- d) Recoger el material pre-tratado en un ciclón,
- e) Separar las fracciones líquida y sólida mediante lavado y filtración,
- f) Tratar la fracción sólida obtenida en la etapa e) en un reactor con una mezcla de etanol entre 40 a 60% p/p referida a la fibra seca, a una temperatura entre 343 y 373 K, a una presión entre 137.9 kPa a 275.8 kPa por un tiempo entre 10 y 30 minutos
- g) Lavar el producto.

2. El método para la producción de fibras de celulosa y hemicelulosa de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa (b) se somete el producto obtenido previamente en la etapa a) a un tratamiento con una mezcla a base de soda cáustica en el rango entre 5 y 10% y antraquinona en el rango de 40 a 70g por litro de solución con una relación licor-material de entre 1.9 a 2.5:1, a una presión entre 544.7 kPa a 696.4 kPa, a una temperatura entre 383-403 K durante un tiempo entre 5 a 125 min.

3. El método para la producción de fibras de celulosa y hemicelulosa de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa (b) se somete el producto obtenido previamente en la etapa a) a un tratamiento con una mezcla a base de soda cáustica en el rango entre 40 y 70 g/l de solución y Na₂S (Sulfuro de Sodio) a una concentración de 0,5 a 5 g/l por tonelada de pulpa, con una relación licor: material de entre 1.9-3.7:1, a una presión entre 572.3 kPa y 723.9 kPa, temperatura entre 383-403 K durante un tiempo de 12 a 125 min.

4. Un material de pulpa que consiste en un material fibroso celulósico y hemicelulósico deslignificado de las hojas y cogollos de la caña de azúcar, apto para la producción de papel de escritura y papel Tissue, caracterizado porque comprende:

- a) Un contenido de celulosa entre 55% y 67%
- b) Un contenido de lignina entre 5 a 7%,
- c) Una longitud de fibra en el rango de 1.5 a 2.7 mm,
- d) Una longitud de ruptura (km) de 8.0- 8.8,
- e) Un Índice de explosión (kPam²/g) de 5,5-6,5
- f) Un Índice de rasgado (mNm²/g) de 8,3-8,7.

En un segundo aspecto, la invención proporciona un material de pulpa fibroso que presenta un alto contenido en celulosa y hemicelulosa de alta resistencia obtenido de las hojas y cogollos de la caña de azúcar, apto para la producción de papel y otros productos químicos y plásticos de tipo polimérico.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención enseña un método para la producción de fibras de celulosa y de hemicelulosa de alta resistencia a partir de biomasa lignocelulósica, obtenida de las hojas y cogollos de la caña de azúcar que comprende las etapas de:

- a) Disminuir el tamaño de partícula de la biomasa lignocelulósica hasta un rango entre 3 y 15 mm,
- b) Someter el producto obtenido a un tratamiento con uno o más solventes y/o una mezcla de catalizadores específicos, a una temperatura comprendida entre 383-403 K con una relación licor : fibra seca de entre 1.9-8.5:1 durante un tiempo de 5 a 125 min,
- c) Hacer descompresión súbita hasta presión atmosférica en un reactor.
- d) Recoger el material pre-tratado en un ciclón,
- e) Separar las fracciones líquida y sólida mediante lavado y filtración,
- f) Opcionalmente, tratar la fracción sólida en un reactor con una mezcla de etanol 40 a 60% p/p referida a la fibra seca y dióxido de cloro 1-5% v/v a una temperatura entre 343 y 373 K a una presión de 137.9 kPa a 275.8 kPa por un tiempo entre 10 y 30 minutos.
- g) Lavar el producto para alcanzar un rendimiento de celulosa mayor al 50% y de lignina de 5 a 7%, una longitud de fibra en el rango de 1.5 a 2.7 mm, longitud de ruptura (km) de 7.0- 8.9, un Índice de explosión (kPam²/g) de 4,5-7,2 e Índice de rasgado (mNm²/g) de 8,2-8,9.

Para desarrollar la primera etapa del método de la invención se requiere reducir el tamaño de las partículas de biomasa lignocelulítica antes de someter a pretratamiento el material vegetal proveniente de las hojas y cogollos de la caña de azúcar. Para este tratamiento mecánico inicial, basado en el corte del material lignocelulósico (hojas y cogollos de la caña de azúcar) se usa un molino de cuchillas, se tamiza y se toma la muestra de tamaño de poro 30 y 40 mesh. Los tamaños más finos son descartados y no se usan debido a que presentan un mayor consumo de energía y solventes químicos y porque se degradan rápidamente en azúcares de 5 y 6 carbonos y posteriormente a furfurales.

En la etapa (b) del proceso el material lignocelulósico es sometido a un tratamiento de cocción con uno o más solventes y/o una mezcla de catalizadores específicos en un digestor, a una temperatura comprendida entre 383-403 K con una relación licor-material de entre 1.9-8,5:1 durante 5 a 125 min hasta alcanzar un grado de cocción que presente un factor H equivalente a 18 de Kappa.

Lo anterior, teniendo en cuenta que el factor H es la integral en el tiempo de la velocidad relativa de deslignificación, o mejor el tiempo en horas necesario para disolver una masa de lignina, parámetro convencionalmente aceptado para definir la cinética de deslignificación en los procesos de obtención de celulosa.

Dentro del alcance de la invención, esta etapa puede desarrollarse empleando diferentes métodos, los cuales incluyen:

1. Una mezcla de un solvente orgánico acuoso, preferiblemente etanol, que incorpora NaOH en el rango de 2 a 3% p/p referido a la fibra seca, KOH en el rango de 0.1 a 1% p/p referido a la fibra seca y sulfato de sodio 0.5-1.5% p/p referido a la fibra seca como catalizador con una relación licor-material de entre un 7 a 8,5:1.
2. Una mezcla a base de soda cáustica en el rango entre 5 y 10% y antraquinona en una relación de aproximadamente entre 40 a 70g por litro de solución o expresado en términos de proporción: 4 a 1 de pulpa: soda y 2 g/l de antraquinona o 0.2 a 0.35 kg de antraquinona por tonelada de pulpa, hasta obtener un álcali de 70 en el licor blanco o una activación del 70%, con una relación licor-material de entre un 1.9 a 2.5: 1. Este tratamiento se realiza a una presión entre 544.7 kPa a 696.4 kPa.
3. Una mezcla a base de soda cáustica en el rango entre 40 y 70 g/l de solución y Na₂S a una concentración de 0,5 a 5 g/l por tonelada de pulpa, con una relación licor: material de entre 1.9 a 3.7:1. Este tratamiento se realiza a una presión entre 572.3 kPa y 723.9 kPa.

Durante el tratamiento térmico con el solvente y los catalizadores se produce la formación de una masa lignocelulósica húmeda deslignificada. Con la temperatura adecuada se logra forzar la solubilización de la lignina, protegiendo las fibras de celulosa y una parte de las de hemicelulosa, creando un medio que supera las barreras energéticas de adherencia de la lignina, una auto-hidrólisis y la solubilización que rompe la unión del polímero de lignina de las fibras de hemicelulosa y celulosa. Al tiempo que el vapor de agua y el solvente se introducen dentro de la estructura de la fibra de lignocelulosa, debido a que la difusión de la fase vapor es de mayor magnitud que la difusión de la fase líquida, por lo que primero se produce la penetración y luego la expansión.

Una vez ha terminado la fase de cocción en la etapa (b) se realiza una descompresión súbita en un reactor continuo o reactor Bach o por etapas hasta presión atmosférica permitiendo que los gases dentro del reactor produzcan un ruptura de la cristalinidad de la celulosa.

Al despresurizar el reactor se produce la evaporación súbita del agua-solvente capilar, que ejerce el efecto mecánico de desagregar y romper algunas fibras del material sometido a tratamiento. Una vez finalizada la etapa de tratamiento se recoge el material tratado en un ciclón (etapa d), se filtra separando la fracción líquida de la sólida y se realiza la etapa de lavado y filtración del material.

Opcionalmente, la fracción sólida lavada y filtrada puede ser tratada en un reactor con una mezcla de etanol 40 a 60% p/p referida a la fibra seca y dióxido de cloro 1-5% v/v a una temperatura entre 343 y 373 K a una presión entre 137.9 kPa a 275.8 kPa por un tiempo entre 10 y 30 minutos.

Como etapa final se realiza el lavado de las fibras para alcanzar un rendimiento de celulosa mayor al 50% y de lignina de 5 a 7%, una longitud de fibra en el rango de 1.5 a 2.7 mm, longitud de ruptura (km) de 7.0- 8.9, un Índice de explosión (kPam²/g) de 4,5-7,2 e Índice de rasgado (mNm²/g) de 8,2-8,9.

DESCRIPCIÓN DE LAS MODALIDADES PREFERIDAS DE LA INVENCION

En un primer objeto del proceso divulgado por la presente invención, se revela un método para la producción de fibras de celulosa y de hemicelulosa de alta resistencia a partir de biomasa lignocelulósica, obtenida de las hojas y cogollos de la caña de azúcar, que comprende las etapas de:

- a) Disminuir el tamaño de partícula de la biomasa lignocelulósica hasta un rango entre 3 y 15 mm,
- b) Someter el producto obtenido a un tratamiento con una mezcla de un solvente orgánico acuoso, preferiblemente etanol, que incorpora NaOH en el rango de 2 a 3% p/p referido a la fibra seca, KOH en el rango de 0.1 a 1% p/p referido a la fibra seca y sulfato de sodio 0.5-1.5% p/p referido a la fibra seca como catalizador, a una temperatura comprendida entre 383-403 K con una relación licor : fibra seca de entre 7-8,5:1 durante un tiempo de 5 a 125 min, preferiblemente entre 5 y 40 min.
- c) Hacer descompresión súbita hasta presión atmosférica en un reactor.
- d) Recoger el material pre-tratado en un ciclón.
- e) Separar las fracciones líquida y sólida mediante lavado y filtración.
- f) Tratar la fracción sólida en un reactor con una mezcla de etanol 40 a 60% p/p referida a la fibra seca y dióxido de cloro 1-5% v/v a una temperatura entre 343 y 373 K a una presión entre 137.9 kPa a 275.8 kPa por un tiempo entre 15 y 25 minutos.
- g) Lavar el producto para alcanzar un rendimiento de celulosa mayor al 90% y de lignina de 5 a 7%, una longitud de fibra promedio de 2.7 mm; longitud de ruptura (km) de 7.0- 8.9, preferiblemente, entre 7.8 y 8.9; un Índice de explosión (kPam²/g) de 4,5-7,2, preferiblemente, entre 6.8. y 7.2; Índice de rasgado (mNm²/g) de 8,2-8,9, preferiblemente, entre 8.5 y 8.9.

En un segundo objeto del proceso de la presente invención, se divulga un método para la producción de fibras de celulosa y de hemicelulosa de alta resistencia a partir de biomasa lignocelulósica, obtenida de las hojas y cogollos de la caña de azúcar que comprende las etapas de:

- a) Disminuir el tamaño de partícula de la biomasa lignocelulósica hasta un rango entre 3 y 15 mm,
- b) Someter el producto obtenido a un tratamiento con una mezcla a base de soda cáustica en el rango entre 5 y 10% y antraquinona en una relación de aproximadamente entre 40 a 70g por litro de solución o expresado en términos de proporción: 4 a 1 de pulpa: soda y 2 g/l de antraquinona o 0.2 a 0.35 kg de antraquinona por tonelada de pulpa, hasta obtener un álcali de 70 en el licor blanco o una activación del 70%, con una relación licor-material de entre un 1.9 a 2.5: 1. Este tratamiento se realiza a una presión entre 544.7 kPa a 696.4 kPa, temperatura entre 383-403 K y una relación licor : fibra seca de entre 7-8,5:1 durante un tiempo de 12 a 125 min, preferiblemente entre 10 y 40 min,
- c) Hacer descompresión súbita hasta presión atmosférica en un reactor.
- d) Recoger el material pre-tratado en un ciclón,
- e) Separar las fracciones líquida y sólida mediante lavado y filtración,
- f) Lavar el producto para alcanzar un rendimiento de celulosa mayor al 50% y de lignina de 5 a 7%, una longitud de fibra en el rango de 1.5 a 2.7 mm, preferiblemente, entre 1.5 a 1.9; longitud de ruptura (km) de 7.0- 8.9, preferiblemente, entre 7.0 y 7.5; un Índice de explosión (kPam²/g) de 4,5-7,2, preferiblemente, entre 4.5 y 4.9; Índice de rasgado (mNm²/g) de 8,2-8,9, preferiblemente, entre 8.3 y 8.7.

En un tercer objeto del proceso de la presente invención, se divulga un método para la producción de fibras de celulosa y de hemicelulosa de alta resistencia a partir de biomasa lignocelulósica, obtenida de las hojas y cogollos de la caña de azúcar que comprende las etapas de:

- a) Disminuir el tamaño de partícula de la biomasa lignocelulósica hasta un rango entre 3 y 15 mm,
- b) Someter el producto obtenido a un tratamiento con una mezcla a base de soda cáustica en el rango entre 40 y 70 g/l de solución y Na₂S a una concentración de 0,5 a 5 g/l por tonelada de pulpa, con una relación licor: material de entre 1.9-3.7:1. Este tratamiento se realiza a una presión entre 572.3 kPa y 723.9 kPa, temperatura entre 383-403 K durante un tiempo de 12 a 125 min, preferiblemente entre 90 y 125 min.
- c) Hacer descompresión súbita hasta presión atmosférica en un reactor.
- d) Recoger el material pre-tratado en un ciclón,
- e) Separar las fracciones líquida y sólida mediante lavado y filtración,
- f) Lavar el producto para alcanzar un rendimiento de celulosa mayor al 50% y de lignina de 5 a 7%, una longitud de fibra en el rango de 1.5 a 2.7 mm, preferiblemente entre 0.9 y 1.2; longitud de ruptura (km) de 7.0- 8.9, preferiblemente, entre 8.0 y 8.8; un Índice de explosión (kPam²/g) de 4.5-7.2, preferiblemente, 5.5 a 6.5; Índice de rasgado (mNm²/g) de 8,2-8,9, preferiblemente, 8.3 a 8.7.

En el pulpeo químico, la deslignificación se conduce hasta el punto de liberación de fibra en donde se logra su separación con muy poca energía mecánica. La reacción de deslignificación se produce en fase heterogénea, esto es porque la lignina se encuentra presente en la materia prima celulósica en fase sólida y reacciona con el álcali disuelto que se encuentra en fase líquida para lograr su fragmentación y su paso a la fase líquida. La materia prima celulósica deslignificada permite obtener una pasta celulósica, mientras que en la fase líquida se encuentran sólo aquellos componentes de la materia prima celulósica que han sido disueltos como es el caso de la lignina que permite obtener gel licor negro. En este método la velocidad de deslignificación varía sensiblemente con la temperatura.

En un segundo aspecto, la invención proporciona un material de pulpa fibroso que presenta un alto contenido en celulosa y hemicelulosa de alta resistencia obtenido de las hojas y cogollos de la caña de azúcar, apto para la producción de papel y otros productos químicos y plásticos de tipo polimérico. Este material de pulpa fibroso obtenido por el método anteriormente descrito presenta un contenido de celulosa mayor al 50% y de lignina de 5 a 7%, una longitud de fibra en el rango de 1.5 a 2.7 mm, longitud de ruptura (km) de 7.0- 8.9, un Índice de explosión (kPam²/g) de 4,5-7,2 e Índice de rasgado (mNm²/g) de 8,2-8,9.

Los siguientes ejemplos son presentados con el objetivo de describir los aspectos preferidos de la invención, lo cual no constituye un límite a la invención a menos que se establezca estrictamente en las reivindicaciones.

EJEMPLOS

1. Obtención de fibras de celulosa y hemicelulosa a partir de hojas y cogollos de caña de azúcar tratando el material con una mezcla de solvente orgánico acuoso.

Antes de someter las hojas y cogollos al pretratamiento se hace reducción del tamaño de partícula hasta un rango entre 3 y 15 mm, para este corte mecánico del material lignocelulósico (hojas y cogollos de la caña de azúcar), se usa un molino de cuchillas, se tamiza y se toma la muestra de tamaño de poro 30 y 40 mesh, los más finos son descartados, no se usan debido a que consumen energía, químicos y rápidamente se degradan a azúcares de 5 y 6 carbonos y posteriormente a furfural.

El material vegetal es sometido a un proceso de cocción en un digestor de laboratorio discontinuo de 10 litros de capacidad, usando 500g (b.s) de muestra con calentamiento por resistencia a un aceite de alta temperatura, el cual le transfiere el calor al recipiente que contiene la muestra. El hidromódulo de cocción es de 7-8,5 1 (relación kg de fibra seca: kg de licor de cocción), con un 55-57% peso de solvente 99.7 G.L. (grados Gay Lusac), referida a la fibra seca y 2.3 -2.5 % en peso de NaOH, 0.3-0.5 % en peso de KOH y sulfato de sodio 0.7-1.1% en peso como catalizador (referida a la fibra seca). Se debe alcanzar un grado de cocción de un factor H equivalente a 18 Kappa en un tiempo entre 12 a 18 minutos de cocción a la temperatura indicada.

Durante el tratamiento térmico con alcohol y vapor se produce la formación de una masa lignocelulósica húmeda deslignificada. Como la temperatura es lo suficientemente elevada para forzar termodinámicamente la disociación del agua y la solubilización de la lignina, con precipitación de la hemicelulosa, se crea un medio que supera las barreras energéticas de la hidrólisis y se produce una auto-hidrólisis y solubilización que rompe la unión del polímero de lignina y la hemicelulosa. A la vez y debido que la difusión de la fase vapor es de mayor magnitud que la difusión de la fase líquida, el vapor de agua y alcohol se introduce dentro de la estructura de la fibra de lignocelulosa. Primero, se produce penetración y luego su posterior expansión y ruptura.

Al despresurizarse el material, se produce una evaporación súbita del agua-etanol capilar, que tiene el efecto mecánico de desagregar y romper algunas fibras. Una vez finalizada la etapa de pre-tratamiento se recoge el material y se filtra separando la fracción líquida de la sólida. Este material es lavado y luego integrado de nuevo al reactor a una segunda cocción suave con un pH de 10,5 con una consistencia del 11.5 %, una relación de etanol al 55% peso de etanol 99.7 G.L. (grados Gay Lusac) , referida a la fibra seca y dióxido de cloro al 3 % (v/v), durante 15 min, a 356 °k y una presión entre entre 137.9 y 275.8 Kpa, luego es de nuevo despresurizada, lo que permite que los gases dentro del reactor se expandan súbitamente. Finalmente, la pulpa es lavada para el posterior estudio de caracterización y rendimiento.

Dentro de las características técnicas que se analizan a las fibras de celulosa y hemicelulosa obtenidas por el proceso de pulpeo de la invención se tienen:

Longitud de rotura: Se mide la cantidad de papel en kilómetros necesaria para romper una tira de papel por su propio peso.

Resistencia al estallido (Mullen): Resistencia que ofrece el papel a la rotura por presión en una de sus caras.

Rasgado: Resistencia que ofrece el papel a la continuación de un rasgado.

La pulpa obtenida con el método de producción de fibras de celulosa y hemicelulosa de alta resistencia a partir de biomasa lignocelulósica de las hojas y cogollos de la caña de azúcar muestra buenas propiedades físico-mecánicas, comparables con aquellas obtenidas con árboles más tradicionales y con el bagazo de la caña de azúcar.

Los resultados presentados en la tabla 1 muestran que el material obtenido a partir de la biomasa lignocelulósica de las hojas y cogollos de la caña de azúcar es adecuado para la producción de pulpa de alta resistencia, destinada a la fabricación de papel de escritura como se demuestra en el estudio comparativo en el que se analizaron las características técnicas de otras fibras de celulosa y hemicelulosa obtenidas a partir de biomasa de eucalipto, pino y bagazo de la caña de azúcar frente a la pulpa fibrocelulósica obtenida a partir de las hojas y cogollos de la caña de azúcar.

De acuerdo con la figura 1, al observar el tipo de fibra obtenida por el proceso de la invención (figura 1a) mediante microscopía óptica (aumento 100X) es posible encontrar fibras de longitud promedio equivalentes a 2.7 mm, con un diámetro promedio de 0,5 a 0,6 mm, datos que sobrepasan los promedios actuales de las fibras usadas para la fabricación de papeles blancos (figura 1b) y tabla 1. Cabe anotar que las corridas se hicieron por triplicado, al igual que la medición microscópica con el fin de asegurar la reproducibilidad de los resultados obtenidos a través del método de la invención.

Tabla 1. Parámetros de calidad comparativos de las fibras obtenidas a partir de hojas y cogollos de caña de azúcar frente a fibras de otras fuentes.

Especie	Longitud promedio (mm)	Longitud ruptura (km)	Índice de Explosión (kPa m ² /g)	Índice Rasgado (mNm ² /g)
Eucalipto	0,9-1,2	8,8	6	8,5
Pino	3,1-3,7	10,2	7,2	9
Bagazo	1,5-1,7	7,1	4,7	8,2
Hojas y Cogollos	1,9-2,3	7.9	5.9	8.7

Como se comprueba en los hallazgos revelados por las pruebas de microscopía lo que se consigue con el proceso de deslignificación de las hojas y cogollos de la caña de azúcar en dos etapas, mediante tratamiento con alcohol, hidróxidos, sulfato de sodio y dióxido de cloro con una despresurización rápida, es una fibra enriquecida.

Además, el método permite la protección de las hemicelulosas y la separación rápida de fibras de celulosa que aún se encontraban unidas entre sí, por efecto de la descomprensión rápida que termina por romper los enlaces lignocelulolíticos que mantienen unidas las fibras, produciendo de esta manera fibras con una calidad excepcional. El resultado es un material rico en hemicelulosa y celulosa y fibras aptas para la producción de papel de excelente calidad.

Para conocer el estado final de las fibras en la última etapa del método se procedió a medir el porcentaje de deslignificación mediante el número kappa y como indicador de la cantidad de carbohidratos deteriorados se midió el coeficiente de viscosidad cinemático que se usa como un método indirecto para cuantificar el porcentaje de degradación de la celulosas y hemicelulosas, como también las propiedades de resistencia de papel según Canadian Standard Freeness.

2. Obtención de fibras de celulosa y hemicelulosa a partir de hojas y cogollos de caña de azúcar tratando el material con una mezcla a base de soda cáustica y antraquinona.

Los residuos de la caña de azúcar (hojas y los cogollos) se someten a tratamiento mecánico a través de la molienda de la biomasa lignocelulósica hasta obtener un tamaño entre 3 y 15mm. A continuación, el producto obtenido se somete a tratamiento bajo condiciones más suaves de cocción que la tradicional, disminuyendo la temperatura de los reactores a valores de entre 403 y 428 K y manteniendo la presión entre 544.7 kPa a 696.4 kPa con un licor preparado a base de soda cáustica, con una concentración aproximada al 7% y antraquinona en una relación de aproximadamente 40 a 70 gr por litro de solución con una relación licor-material de entre un 1.9 a 2.5 : 1. Este resultado se consigue aplicando un tiempo de cocción por espacio de entre 17 a 25 min.

Posteriormente, se hace descompresión súbita hasta presión atmosférica, se recoge el material tratado en un ciclón, de donde es enviado a la sección de lavado, allí se separan las fracciones líquida y sólida mediante el proceso de lavado y filtración. Con este proceso se obtiene un rendimiento de celulosa de 55%, 5-7% de lignina residual, longitud de fibra promedio 1.5- 1.9 mm, longitud de ruptura (km) 7.0- 7.5, Índice de explosión (kPam²/g) de 4.5 a 4.9 e Índice de rasgado (mNm²/g) de 8.2 a 8.4.

La pulpa obtenida por el procedimiento descrito presenta color beige claro sin astillas remanentes. El pulpeo soda-antraquinona fue efectivo para la cocción del material lignocelulósico proveniente de las hojas y cogollos de las variedades de caña cosechadas en Colombia y para la producción de pulpa, siendo muy selectivo en la eliminación de lignina sin deterioro de la celulosa, resultado que se refleja en un rendimiento que no supera al del método de la invención y que presenta como desventaja el tiempo requerido para el tratamiento.

3. Obtención de fibras de celulosa y hemicelulosa a partir de hojas y cogollos de caña de azúcar tratando el material con una mezcla a base de soda cáustica y Na₂S.

Los residuos de cosecha de la caña de azúcar (hojas y los cogollos) se someten a tratamiento mecánico a través de la molienda de la biomasa lignocelulósica hasta obtener un tamaño entre 3 y 15mm. A continuación, el producto obtenido se somete a tratamiento bajo condiciones de cocción tradicional, a temperaturas entre 418-438K y manteniendo la presión 572.3 kPa y 723.9 kPa con un licor preparado a base de soda cáustica, con una concentración aproximada 105-125 g/l y una concentración de 17 a 25 g/l de Na₂S, con una relación licor-material de entre un 1.9 a 3.7:1. Este resultado se consigue aplicando un tiempo de cocción por espacio de entre 90 a 125 min. Posteriormente, se hace descompresión súbita en un reactor continuo o por etapas hasta presión atmosférica, se recoge el material tratado en un ciclón, de donde es enviado a la sección de lavado, allí se separan las fracciones líquida y sólida mediante el proceso de lavado y filtración. Con este proceso se obtiene un rendimiento de celulosa de 50%, 5-7% de lignina residual, longitud de fibra promedio 0.9-1.2 mm, longitud de ruptura (km) 8.0- 8.8, Índice de explosión (kPam²/g) de 5.5 a 6.5 e Índice de rasgado (mNm²/g) de 8.3 a 8.7)