

REPÚBLICA DE COLOMBIA



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-148620- -00000-0000

Fecha: 2011-11-02 14:54:16 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALII
Act. 411 PRESENTACION Folios: 51

PATENTE DE INVENCION

EXPEDIENTE No. _____

Contiene los documentos relativos a la solicitud de Patente de:

Título: PROCESO PARA LA OBTENCIÓN DE
CELULOSA A PARTIR DE BIOMASA QUE
CONTENGA LIGNOCELULOSA.

Solicitante: ZYLUM BETEILIGUNGSGESELLSCHAFT
MBH & CO PATENTE II KG.

De: WALTERSDORF, ALEMANIA.

Apoderado: MAURICIO JARAMILLO C.

Bogotá, D.C., Noviembre de 2011

WF-3786

PET

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-148620-00000-0000

Fecha: 2011-11-02 14:54:16 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALII
Act. 411 PRESENTACION Folios: 51

FORMULARIO UNICO

ENTRADA EN FASE NACIONAL

1

SOLICITUD DE :

☒ Patente de Invención.☐ Patente de Modelo de Utilidad☐ Capitulo I☒ Capitulo II

2

SOLICITANTE
(71)Nombre: ZYLUM
BETEILIGUNGSGESELLSCHAFT
MBH & CO PATENTE II KGDirección: Berliner Str. 1 12529,
Schönefeld / OT,

Teléfono: Fax:

E-Mail:

Domicilio: Waltersdorf, Alemania

IDENTIFICACION

C.C.

NIT

C.E.

Otro

Número

3

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: MAURICIO JARAMILLO CAMPUZANO

Dirección: Calle 67 No. 7 – 35 Oficina 1204 Bogotá D.C.,
Colombia

Teléfono: 3192900 Fax: 3210295

E-Mail: mjaramillo@gpzlegal.com

IDENTIFICACIÓN

C.C.

NIT

C.E.

Otro

Número

80.421.942 TP 74.555

4

INVENTOR (ES)
(72)Nombre: 1: Rudolf PATT
2: Andreas KREIPLDirección: 1: Buchtalle 14a, 21465
2: Bernhard-Nocht-Str. 107, 20359Domicilio: 1: Reinbek, Alemania
2: Hamburg, Alemania

C.C.

NIT.

5

PCT (86)

Solicitud internacional No.: PCT/EP2010/001179 Fecha: 25/02/2010

Publicación Internacional No.: WO2010/115488 Fecha: 14/10/2010

6 TITULO (54):

PROCESO PARA LA OBTENCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE BIOMASA QUE CONTENGA
LIGNOCELULOSA

7

Clasificación Internacional (51): D21C 3/20 (2006.01), D21C 3/22 (2006.01)

8

Prioridad

(33) País de Origen

(32) Fecha

(31) Número de Solicitud

SI ☒ NO ☐

Alemania

06/04/2009

10 2009 017 051.0

9

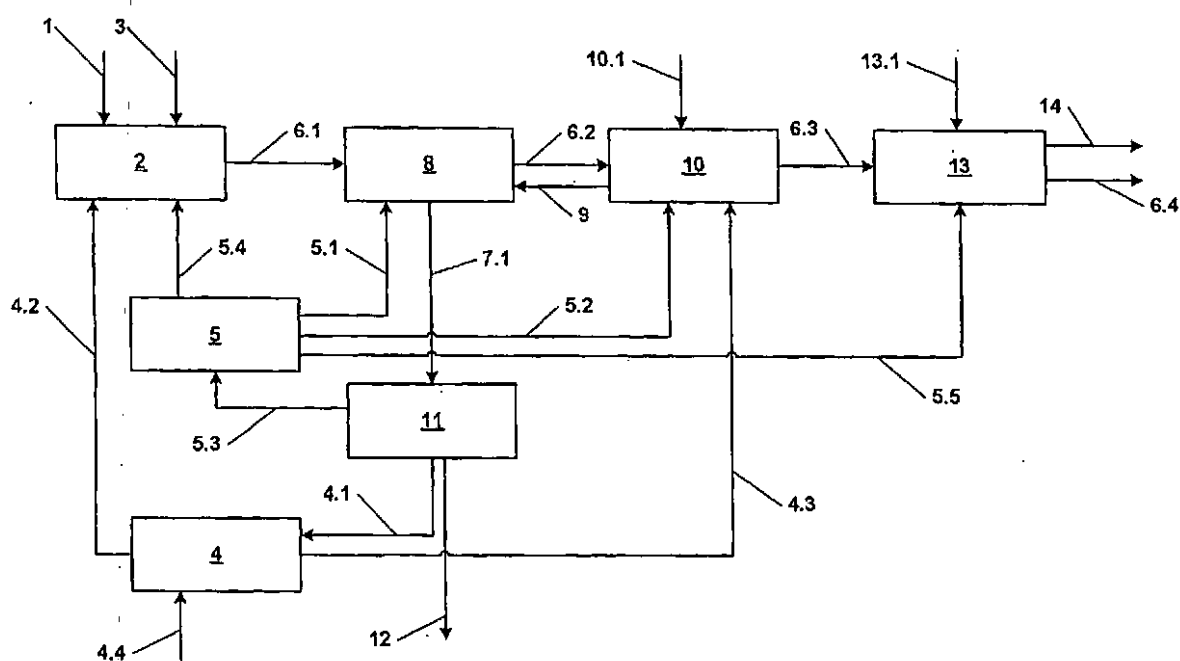
Comprobante de pago No. Fecha:

10

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante
- ☐ Declaraciones
- ☒ Copia de la solicitud internacional (resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☐ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad
- ☒ Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA)
- ☐ Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA
- ☐ De ser el caso; copia del contrato de acceso
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico
- ☐ Arte final 12 x 12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud
- ☒ De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional: De conformidad con el Examen Preliminar Internacional del Capítulo II del PCT; se adjuntan reivindicaciones originales y modificadas de acuerdo con este examen. Adicionalmente se adjunta documento de la oficina internacional, reconociendo el cambio del nombre del inventor de Rudoff PATT a Rudolf PATT, siendo esto su nombre correcto.

11 FIGURA CARACTERÍSTICA



Figur 1

12 Solicito la concesión de la patente

Nombre: MAURICIO JARAMILLO CAMPUZANO

Firma:

C.C. 80.421.942 de Usaquén T.P. 74.555 C.S.Jra.

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN ☐ Patente de Invención ☐ Patente modelo de utilidad ☒ PCT
(21) No. de solicitud:	(51) Int. Cl: D21C 3/20 (2006.01), D21C 3/22 (2006.01)
(22) Fecha de solicitud: 02/11/2011	(71) Solicitante(s): ZYLUM BETEILIGUNGSGESELLSCHAFT MBH & CO PATENTE II KG
(30) Prioridad: (31) No. Prioridad: 10 2009 017 051.0 (32) Fecha: 06/04/2009 (33) País: Alemania	(72) Inventor(es): Rudolf PATT Andreas KREIPL (74) Apoderado(s): MAURICIO JARAMILLO CAMPUZANO
(54) Título: PROCESO PARA LA OBTENCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE BIOMASA QUE CONTENGA LIGNOCELULOSA	
Las casillas identificadas con 85, 86 y 87 sólo aplican para PCT	
(85) Fecha límite inicio Fase Nacional: 09/11/2011 (86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha: 25/02/2010 No. de solicitud PCT: PCT/EP2010/001179	(87) Publicación internacional: Fecha: 14/10/2010 No. Publicación: WO2010/115488
Resumen reivindicación (es): Proceso para la obtención de celulosa por medio de la separación de lignina a partir de una biomasa que contiene lignocelulosa en forma de plantas o partes de plantas, donde la biomasa que contiene lignocelulosa en un medio alcalino, contiene la alcanolamina, la cual se desintegra en una caldera y donde se separa la lignina disuelta de la celulosa bruta contenida, caracterizado porque la biomasa que contiene la lignocelulosa no proviene de la madera y porque se desintegra a una temperatura de menos de 170°C en un medio de desintegración basado en alcanolamina y agua, en donde la relación de peso entre la alcanolamina y el agua oscila entre 80:20 y 20:80, y donde la celulosa bruta resultante se separa de acuerdo con los procesos habituales de licor de residuos para la separación de sólidos/líquidos.	

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
14. Oktober 2010 (14.10.2010)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2010/115488 A1

- | | |
|---|--|
| <p>(51) Internationale Patentklassifikation:
D21C 3/20 (2006.01) D21C 3/22 (2006.01)</p> | <p>(74) Anwälte: HAGEMANN, Heinfürch et al.; c/o Meissner, Bolte & Partner GbR, Postfach 86 06 24, 81633 München (DE).</p> |
| <p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2010/001179</p> | <p>(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.</p> |
| <p>(22) Internationales Anmeldedatum:
25. Februar 2010 (25.02.2010)</p> | <p>(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI,</p> |
| <p>(25) Einreichungssprache: Deutsch</p> | |
| <p>(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch</p> | |
| <p>(30) Angaben zur Priorität:
10 2009 017 051.0 9. April 2009 (09.04.2009) DE</p> | |
| <p>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): ZYLUM BETEILIGUNGSGESellschaft MBH & Co Patente II KG [DE/DE]; Berliner Str. 1, 12529 Schönefeld / OT Waltersdorf (DE).</p> | |
| <p>(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): PAIT, Rudolf [DE/DE]; Buchtalke 14a, 21465 Reinbek (DE). KREIPL, Andreas [DE/DE]; Bernhard-Nocht-Str. 107, 20359 Hamburg (DE).</p> | |

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

- (54) Title:** METHOD FOR OBTAINING CELLULOSE FROM BIOMASS COMPRISING LIGNOCELLULOSE
- (54) Bezeichnung :** VERFAHREN ZUR GEWINNUNG VON ZELLSTOFF AUS LIGNOCELLULOSE-HALTIGER BIOMASSE

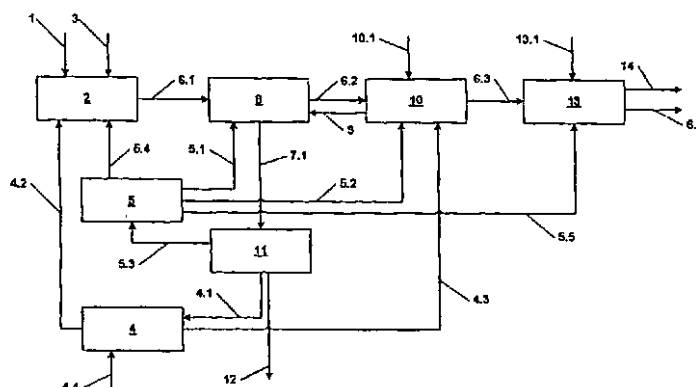


Figure 1

- (57) Abstract:** The invention relates to a method for obtaining cellulose by separating lignin from a biomass comprising lignocellulose in the form of plants or plant parts, wherein the biomass comprising lignocellulose is solubilized in a boiler in an alkaline medium comprising alkanol amine, and dissolved lignin is separated from the resulting raw cellulose. Said method is characterized in that the biomass comprising lignocellulose is not from a wood source, and is solubilized at a temperature of less than approximately 170°C in a solubilizing agent based on alkanol amine and water, wherein the weight ratio of alkanol amine to water is set to 80:20 to 20:80, and raw cellulose thus produced is separated from the waste lye using a typical method. Said method is particularly advantageous for obtaining cellulose from annual plants, particularly wheat straw. The method is advantageously improved in that the solubilization takes place in the presence of a catalyst, particularly of anthracinon. An advantageous bleaching process may be performed subsequently. Said method is characterized by great economic efficiency, particularly due to the high reclamation rates of the alkanol amine used, and leads to lower environmental impact in wastewater, and to reduced disposal costs. The design of the method leads to a greater yield of cellulose and largely prevents degradation of alkanol amine, particularly monoethanol amine (MEA).

- (57) Zusammenfassung:**

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2010/115488 A1

SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CL, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

Beschrieben wird ein Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff durch Abtrennen von Lignin aus einer Lignocellulose-haltigen Biomasse in Form von Pflanzen bzw. Pflanzenteilen, wobei die Lignocellulose-haltige Biomasse in einem alkalischen Medium, das Alkanolamin enthält, in einem Kocher aufgeschlossen und gelöstes Lignin von dem erhaltenen Rohzellstoff abgetrennt wird. Dieses Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass die Lignocellulose-haltige Biomasse nicht auf Holz zurückgeht und bei einer Temperatur von weniger als etwa 170°C in einem auf Alkanolamin und Wasser beruhenden Aufschlussmittel aufgeschlossen wird, in dem das Gewichtsverhältnis von Alkanolamin zu Wasser auf 80:20 bis 20:80 eingestellt ist, und anfallender Rohzellstoff nach üblichen Verfahren von der Ablauge getrennt wird. Von besonderem Vorteil ist dieses Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff aus Einjahrespflanzen, insbesondere Weizenstroh. Das Verfahren wird begünstigt, indem der Aufschluss in Gegenwart eines Katalysators, insbesondere von Anthrachinon, durchgeführt wird. Es kann sich ein vorteilhaftes Bleichen anschließen. Dieses Verfahren zeichnet sich durch große Wirtschaftlichkeit aus, insbesondere aufgrund der hohen Rückgewinnungsraten der eingesetzten Alkanolamine, und führt zu geringeren Umweltbelastungen durch Abwässer und zu reduzierten Entsorgungskosten. Die Verfahrensgestaltung führt zu einer hohen Ausbeute an Zellstoff und weitgehend ausgeschlossenen Abbau an Alkanolamin, insbesondere Monoethanolamin (MEA).

Proceso para la obtención de celulosa a partir de biomasa que contenga lignocelulosa

La invención se relaciona con la obtención de celulosa a partir de la separación de lignina de una biomasa que contenga lignocelulosa, en especial, a partir de paja y de otras fibras de plantas no leñosas, en donde la biomasa que contiene lignocelulosa se desintegra en un medio alcalino, que contiene alcanolamina en una caldera y donde se separa la lignina disuelta y los hidratos de carbono de bajo peso molecular de la celulosa bruta.

En los últimos 30 años, ha aumentado la producción mundial de celulosa en forma constante a partir de otras biomásas, como la madera. El porcentaje de sustancias fibrosas que no provienen de la madera como materia prima es de aproximadamente un 12% a nivel mundial. El trigo se cultiva en todos los continentes, por lo que su paja podría aprovecharse ampliamente para la elaboración de celulosa.

De acuerdo con las estadísticas de la FAO de las Naciones Unidas (de 2007), la producción mundial de trigo sobrepasó los 600 millones de toneladas, 155 millones de las cuales sólo fueron producidos por Irán. Casi la mitad de la paja de trigo obtenida se utiliza en las granjas; la otra mitad se quema o se ara en los suelos. En base a estos datos, se puede concluir que la cantidad de paja de trigo que queda disponible para la producción de celulosa, podría aprovecharse para producir 100 millones de toneladas de celulosa al año. En realidad, sólo se producen 4,5 millones de celulosa a partir de la paja de trigo. La desintegración con hidróxido sódico es el principal proceso empleado para producir celulosa a partir de plantas anuales, pero ello muestra serias desventajas. Las lejías de desintegración altamente alcalinas se disuelven en una proporción considerable de hidratos de carbono, que merman el volumen de producción de la celulosa. La mayoría de las plantas anuales poseen un alto contenido de silicatos, que en las soluciones de desintegración fuertemente alcalinas se disuelven en grandes cantidades, lo que genera serios problemas en las instalaciones de evaporación y en las calderas de recuperación. Estas son las principales razones de por qué es tan problemática la manipulación de los licores de residuos de los procesos de soda y la recuperación de los productos químicos de la desintegración.

Desde el punto de vista teórico, el solvente orgánico, solo o mezclado con agua, soluciona el problema de la recuperación de productos químicos en relación con la obtención tradicional de celulosa a partir de plantas anuales. En especial, los alcoholes de bajo punto de ebullición o los ácidos orgánicos se recuperan de manera sencilla mediante destilación, seguida por un proceso de cocción. El material orgánico disuelto puede someterse a combustión para obtener energía o destinarse a distintos usos, como para la producción de alcohol o levadura o como materia prima química. Por cierto, hasta ahora ningún proceso comercial de celulosa emplea solventes orgánicos.

Desde hace mucho tiempo se conoce la monoetanolamina (MEA) como un medio muy selectivo de deslignificación, para la aislación y para determinar su contenido en la madera (compárese, Harlow, W. M., Wise, L. E., Am. J. Botany 25 (1938): págs. 217-219). Al respecto, se realizaron un sinnúmero de estudios sobre el uso de la MEA para la elaboración de celulosa. En especial, estas investigaciones se centraron en el uso de la madera como materia prima. En la obtención de celulosa, la MEA contribuyó a respaldar el proceso de deslignificación. Wallis (compárese, Wallis, *Cellulose Chemistry and Technology*, 10(3) (1976), págs. 345-355) realizó amplio estudio sobre el uso de MEA como único medio de deslignificación en la cocción de leña recia (*eucalyptus grandis*) y de madera de coníferas (*pinus elliotti*). En la literatura (loc. cit.) se describen las reacciones aprobadas, que tuvieron lugar durante la deslignificación con MEA.

La característica sobresaliente de la obtención de celulosa con MEA es la protección excepcionalmente buena de las hemicelulosas, lo que genera un volumen de producción poco común de celulosa. Por otro lado, el grado máximo de deslignificación, que se obtiene utilizando MEA como medio de deslignificación, es limitado, en especial, en el caso de la madera de coníferas. Por lo tanto, se deben aplicar condiciones de cocción rigurosas, de preferencia, altas temperaturas, para lograr una deslignificación suficiente en la producción de una celulosa apropiada para blanquear. Al respecto, se debe tener en cuenta que la MEA se desintegra a un punto de ebullición de aproximadamente 171°, por lo que, en la desintegración de biomasa, la temperatura debe mantenerse bajo los 171°C para evitar una fuerte pérdida de MEA. Además, debe considerarse, que la MEA puede consumirse en las reacciones con lignina y, por consiguiente, las pérdidas de MEA son altas cuando la materia prima empleada en la obtención de celulosa presenta un alto contenido de lignina, que, por su estructura, es difícil de desintegrar.

A partir de estos hechos, puede deducirse que la MEA no debería emplearse para la obtención de celulosa a partir de la madera de coníferas. La MEA puede emplearse básicamente para obtener celulosa a partir de leña recia. Dudosamente ésta se trataría de una alternativa práctica, dado que se deben emplear altas temperaturas. Asimismo, las pequeñas pérdidas de MEA hacen que este proceso no sea capaz de competir con el típico proceso Kraft para la desintegración de celulosa, que cuenta con un sistema de recuperación muy efectivo de los productos químicos de cocción.

La situación es completamente distinta si se utilizan plantas anuales, como la paja de trigo, para obtener celulosa, de acuerdo con el proceso de producción de soda. Dado que existe el problema del alto contenido de silicato en las lejías de desintegración, la mayoría de las instalaciones para la producción de celulosa a partir de paja no poseen un sistema de recuperación de productos químicos. Debe agregarse el hidróxido de sodio completo empleado en la desintegración. Además, la paja de trigo posee un bajo contenido de lignina, puede desintegrarse fácilmente bajo condiciones benignas y requiere una carga relativamente baja de productos químicos para desintegrar la lignina. La ventaja más destacada de la desintegración de plantas anuales con MEA es la directa recuperación por destilación de la MEA. Después de la destilación de la MEA, el material orgánico restante puede emplearse como materia prima química o como fertilizante orgánico con contenido de nitrógeno, el cual, en comparación con el fertilizante mineral de nitrógeno, actúa por un período prolongado, dado que el nitrógeno se libera en forma gradual mediante la desintegración microbiana del material portador.

Para completar el estado de la técnica anteriormente descrito también se debe abordar la siguiente literatura de patentes: la US-A-4 597 830 abarca la desintegración de lignocelulosa en una solución acuosa que contiene un catalizador, como la antraquinona, en la que se utiliza una mezcla de alcohol y amino para favorecer la desintegración de la lignocelulosa. La US-A-4 178 861 también describe la desintegración de materiales que contienen lignocelulosa y además, se recomienda la introducción de monoetanolamina anhidra con adición simultánea de catalizadores, como la antraquinona. La EP-B-0 149 753 comprende la desintegración de madera por acción de calor o de presión, por medio de la impregnación y cocción de pedacitos o virutas en una solución de desintegración acuosa, que contiene una alcanolamina de cadena corta, como la monoetanolamina, junto con hidróxido de amonio como catalizador. La DE-A-26 40 027 se relaciona con un desarrollo ulterior del clásico proceso de desintegración mediante soda, en el que, entre otros, se emplea antraquinona.

Las modalidades mencionadas del estado de la técnica plantean diversas formas de mejoramiento, lo que también es válido para el proceso de desintegración, en el que se emplea alcanolamina, en especial, monoetanolamina. De este modo, la pérdida de alcanolamina consumida en el proceso de desintegración descrito es alta y la deslignificación que se puede lograr es limitada. Sería deseable elaborar grandes cantidades de paja de cereales de manera económica, en especial, de paja de trigo y de este modo, eliminar o, al menos, reducir la merma de celulosa y la descomposición de alcanolamina durante la desintegración. También sería deseable, recuperar en gran medida la alcanolamina del proceso y volver a llevar a cabo el proceso. Por otra parte, en el perfeccionamiento de una propuesta técnica deseable, se debe asegurar un blanqueado de celulosa no contaminante, de modo que el proceso total de elaboración de celulosa pueda adecuarse a las necesidades tecnológicas y económicas de un proceso moderno de producción de celulosa. Por lo tanto, el problema de la presente invención es cumplir con las exigencias antes señaladas.

La solución a dicho problema, sobre el cual se basa la presente invención, es el perfeccionamiento del estado de la técnica descrito en la introducción, el cual consiste en que la biomasa que contiene lignocelulosa no provenga de la madera y que se desintegre a una temperatura de menos de 170°C en un medio de desintegración basado en alcanolamina y agua, en donde la relación de peso entre la alcanolamina y el agua oscile entre 80:20 y 20:80, y que la celulosa bruta resultante se separe mediante el método habitual de licor de residuos.

Por consiguiente, el núcleo de la invención consiste en que no cualquier biomasa que contenga lignocelulosa pueda emplearse para el proceso señalado, sino que se limita principalmente a la paja y otras plantas no leñosas que proporcionen fibras. Además, se ha demostrado de manera sorprendente que la alcanolamina mezclada con agua, utilizada como medio de desintegración, manteniendo una determinada relación de peso entre la alcanolamina y el agua, es especialmente adecuada, considerando además que se deben restringir las altas temperaturas durante el proceso. Al emplear el medio de desintegración de alcanolamina y agua, se logran sorprendentes ventajas sobre las cuales nos detendremos más adelante. Ahora, debemos explicar con mayor detalle las características importantes de la invención y las modalidades de preferencia:

El proceso conforme a la invención se centra expresamente en que la lignina y las demás impurezas, entre las cuales también se encuentran las hemicelulosas (poliosas), se separen lo más posible de la celulosa. De este modo, como se indicó anteriormente, el concepto de biomasa con contenido de lignocelulosa está sujeto a la restricción de que la biomasa con contenido de celulosa no debe provenir de la madera, dado que de esta manera la separación deseada de la lignina no es posible en la medida deseable. Por lo tanto, entran en consideración las partes de plantas anuales, como, de preferencia, la paja, los cereales, como el trigo, la cebada, la levadura, el centeno, el maíz y el arroz, como también los pastos secos, la caña, el bagazo de caña de azúcar y el bambú. De todas las plantas anuales mencionadas, se prefiere la paja de trigo. A modo comparativo, la mayoría de estas plantas anuales tienen un alto contenido de silicato, el cual posiblemente sea significativo para el objetivo que se quiere lograr con la invención, sin que se visualice ninguna restricción. Puede ser fundamental emplear dichas biomasa, que en relación con su composición química y morfológica, pueden compararse con los materiales que provienen de las plantas anuales. Cabe mencionar que en el estado de la técnica la elaboración de celulosa a partir de la madera se resuelve mediante el proceso de sulfato que es especialmente económico.

En general, antes de someterse al proceso conforme a la invención, la biomasa se tritura lo suficiente mediante, por ejemplo, el descascarillado y en casos aislados, también mediante trituración. Asimismo, puede ser conveniente, secar la biomasa antes de que se inicie el proceso, sin que se justifique un mayor secado, dado que la cantidad de agua que aporta la biomasa al proceso conforme a la invención, y la contenida en el sistema de desintegración, deben mantener las condiciones básicas de relación antes mencionadas entre la alcanolamina y el agua.

En principio, es posible que la biomasa pueda someterse a un proceso de tratamiento previo, antes de someterse al proceso conforme a la invención, para lograr, por ejemplo, un reblandecimiento previo de las fibras. Por lo tanto, esto podría lograrse sometiendo la materia prima a un tratamiento a base de vapor o amoníaco. Sin embargo, se ha demostrado, que dichas medidas, en general, no ofrecen ventajas.

En relación con el concepto de alcanolamina, la invención no presenta ninguna restricción. Se prefiere emplear una alcanolamina de cadena corta, en especial una alcanolamina con 1 a 8 átomos de carbono, en especial, con 1 a 4 átomos de carbono. Entre estas alcanolaminas se encuentran la monoetanolamina, la monopropanolamina, la monobutanolamina y/o la diglicolamina, siendo la monoetanolamina la de mayor preferencia. El medio de desintegración de monoetanolamina (MEA) con agua presenta distintas ventajas. En la desintegración, la MEA evita que la celulosa se desintegre y que además, conserve las hemicelulosas, y al mismo tiempo, actúe como deslignificador. Durante la desintegración de las biomásas con contenido de celulosa o la extracción de la lignina, puede ser conveniente emplear un solvente adicional, en especial con efecto de hinchamiento para la celulosa y la hemicelulosa.

Las condiciones básicas que se deben mantener en la relación de alcanolamina y agua se establecen entre 80:20 y 20:80. Se prefiere que la relación de alcanolamina y agua oscile entre 70:30 y 30:70, en especial, entre 60:40 y 40:60. En particular, se prefiere que la relación de alcanolamina y agua fluctúe entre 53:57 y 57:53. La cantidad de agua incluida, como ya se indicó anteriormente, no sólo se refiere al contenido de agua de la mezcla de alcano y agua, que corresponde al medio de desintegración en la caldera, o bien, en los autoclaves empleados, sino a la parte de agua que aporta la biomasa más o menos húmeda al sistema de desintegración. De este modo, se podría indicar como regla general de preferencia, que conviene que el alto contenido de agua de una biomasa se ajuste mediante secado en aproximadamente un 10% a un 30%, en especial, entre un 15% a 25%. Una mayor deshidratación implicaría un alto gasto de energía y no ofrecería ninguna ventaja.

Para la invención es muy esencial, que durante el proceso para la obtención de celulosa a partir de biomasa, la temperatura no supere los 170°C dentro de la caldera o autoclave, en la cual se encuentra el medio de desintegración formado por alcanolamina y agua. Los inventores descubrieron que si se supera esta temperatura, se podría desintegrar o perder la alcanolamina empleada, en especial, la monoetanolamina. Por otro lado, las altas temperaturas podrían producir la desintegración no deseada de la celulosa. Por lo tanto, es de especial conveniencia mantener la temperatura a menos de aproximadamente 165°C durante la desintegración, en especial, a menos de 150°C. La temperatura de desintegración preferida es de aproximadamente 120°C, en especial, casi 140°C. El rango de temperatura de 140°C a 160°C es el más preferido, dado que bajo dichas condiciones se soluciona de manera conveniente la problemática formulada en los párrafos anteriores por la invención.

Al llevar a cabo el proceso conforme a la invención, por lo general, se crea un medio alcalino mediante los productos químicos utilizados. Como consecuencia, el valor pH es mayor a 7, en especial, mayor a 10 y también, cercano a 12. Esto se deduce a partir de los ejemplos que se exponen a continuación.

En principio es posible repetir el proceso antes descrito para lograr una mayor deslignificación y una producción más pura de celulosa. En este caso, también es posible emplear medidas conocidas del estado de la técnica.

Después de la etapa de desintegración realizada, la materia prima de celulosa (celulosa/hemicelulosa) se obtiene de la manera habitual. De esta forma, se pueden separar de las fibras de la celulosa en bruto las sustancias del licor de residuos de color café oscuro y negro de la forma conocida por el especialista, por ejemplo, mediante el proceso habitual para la separación de sustancias sólidas y para la separación de líquidos, en especial, mediante filtración, prensas o centrifugación.

De preferencia, la desintegración de la biomasa con contenido de lignocelulosa se logra en un período de 15 min a 4 h, en especial, de 1 a 3 h, calculado desde que termina el calentamiento. De especial preferencia, esta demora un período de 2 a 3 h. Para optimizar el proceso conforme a la invención es conveniente ajustar de manera adecuada la relación de baño entre la biomasa a desintegrar, que contiene lignocelulosa (sustancia seca), y la mezcla de desintegración de alcanolamina y agua en aproximadamente 8:1 a 2:1, prefiriéndose de manera especial, el rango de 5:1 a 3:1.

Por último, se agiliza la desintegración de las biomásas con contenido de lignocelulosa, o bien, la extracción de lignina, en presencia de catalizadores apropiados. En este caso, se trata principalmente de quinonas catalíticamente efectivas, en especial, en forma de naftoquinona, antraquinona, antrón, fenantrequinona. Se ha comprobado que la antraquinona es especialmente conveniente, pero también los derivados que están sustituidos por alquilo, como 2-metil-antraquinona, 2-etil-antraquinona, 2,6-dimetil-antraquinona, 2,7-dimetil-antraquinona y similares. La presencia de catalizadores activa las reacciones de desintegración y reprime fuertemente las reacciones colaterales. Para ello se mantienen números Kappa bajos.

El proceso conforme a la invención puede realizarse de manera continua o mediante cargas. En un proceso por lote, por ejemplo, se mezcla, de preferencia en una autoclave, la biomasa con contenido de lignocelulosa desintegrada, que aún contiene agua, con el medio de desintegración de alcohol y agua y, dado el caso, de preferencia, se mezcla con uno de los catalizadores mencionados, manteniéndose las características predominantes señaladas con respecto al proceso conforme a la invención. De preferencia, la desintegración continua se lleva a cabo de manera que el medio de desintegración previamente calentado se deja circular por la biomasa que contiene lignocelulosa en un reactor, o la biomasa con contenido de lignocelulosa a extraer o desintegrar corre en sentido contrario al medio de desintegración. En comparación con el proceso por lote, el proceso estacionario tiene la ventaja que después de vaciar los productos residuales con el medio de desintegración, disminuyen considerablemente las reacciones colaterales. Además, se puede trabajar con una relación de baño menor entre el medio de desintegración y la biomasa con contenido de lignocelulosa y también, a una temperatura más baja, logrando el mismo efecto de desintegración. En otra modalidad de preferencia, la desintegración se lleva a cabo en más etapas, es decir, en al menos dos desintegraciones o extracciones consecutivas con la mezcla de alcoholamina y agua correspondiente.

El proceso conforme a la invención puede perfeccionarse en forma conveniente, de manera tal que la fase líquida que contiene lignina se obtenga después de separar la celulosa bruta o después de separar la celulosa deslignificada y/o blanqueada, en especial, mediante centrifugación, prensa o filtración y lavado, y que junto con la lignina y los hidratos de carbono contenga otros extractos de biomasa y, dado el caso, el catalizador mencionado, y reciba así, el siguiente tratamiento: El licor de residuos se evapora en un evaporador de capa fina, en un evaporador de película o en un evaporador tubular, con lo que se separa la alcoholamina y el agua. El residuo de la destilación se aprovecha para la producción de energía, como sustancia química o también como fertilizante de liberación prolongada. Éste último también puede lograrse con suplementos. Para obtener una celulosa de alta pureza y también con bajo contenido de lignina, de preferencia, la celulosa bruta debe blanquearse después de separar el licor de residuos y después de que se someta a algún lavado adicional, en caso que sea necesario. Es conveniente perfeccionar de ese modo el blanqueado que, con una etapa de alcoholamina y oxígeno (con la alcoholamina como fuente alcalina), se realice una buena deslignificación y, a continuación, la celulosa blanqueada de partes líquidas adheridas, en las que aún hay alcoholamina, sea sometida a presión y se filtre, para obtener una fase líquida concentrada, la cual se envíe a la caldera como filtrado, con medidas intermedias, como el lavado de la celulosa bruta. Para concentrar mejor la fase líquida de alcoholamina, se puede realizar una evaporación con poca carga térmica, como ya se explicó anteriormente, la que se puede realizar especialmente en un evaporador de capa fina, un evaporador de película y un evaporador tubular. En especial, se prefiere que el filtrado obtenido después de la medida de blanqueado, por ejemplo, mediante el prensado de la celulosa obtenida, que entre otros, aún contiene alcoholamina, en especial MEA, se emplee como solución de lavado para lavar la celulosa bruta separada del licor de residuos de la caldera. En principio, podría ser conveniente, someter la celulosa obtenida después del blanqueado con la etapa de alcoholamina y oxígeno a otro blanqueado en las secuencias ECF y TCF habituales, en especial, bajo efecto de oxígeno y peróxido de hidrógeno, peróxido de hidrógeno en presencia de NaOH, O₃, ClO₂ o ácido sulfinico de formamida (FAS).

El procedimiento conforme a la invención, descrito en el abstracto anterior, una vez obtenida la celulosa bruta o la celulosa pura, debe describirse de la manera que se detalla a continuación:

De este modo, se ha demostrado que la celulosa obtenida (mezcla de celulosa y hemicelulosa) conforme a la invención o mediante la deslignificación y/o blanqueado, debido a las alcanolaminas adheridas, no es especialmente apropiada para los productos significativos en todas las reacciones colaterales deseables, como por ejemplo, para la producción pirolítica de gas de madera para la obtención de combustible. De esta manera, se ofrece tratar la celulosa bruta o la celulosa para separar las alcanolaminas todavía adheridas a) con un solvente no acuoso que se disuelve en alcanolamina y separar el solvente no acuoso que contiene la alcanolamina y/o b) tratar la celulosa cruda/celulosa con un solvente que no se disuelve en alcanolamina, tratamiento que puede realizarse antes y después de separar el solvente de la lignina, y separar la fase de alcanolamina. En el caso de la medida a) la mezcla de solvente con contenido de alcanolamina se separa por destilación para regresar la alcanolamina al proceso. En este caso, se prefiere que los restos de alcanolamina se separen mediante formación de azeótropos, añadiendo al final de la destilación el solvente no acuoso que se disuelve en alcanolamina. Los solventes no acuosos preferidos son el etanol, metanol, DMF, tolueno y/o acetona, o bien, el medio que se disuelva en alcanolamina. De preferencia, la celulosa obtenida mediante la medida a), probablemente humedecida con el solvente, se transforma directamente en una mezcla de gas apropiada para la elaboración de combustible mediante un proceso de pirolisis.

De preferencia, en la medida b) descrita, se procede de manera que el solvente que no se disuelve en alcanolamina sea un alcano, en especial, éter de petróleo, pentano, hexano, alcano, diesel y/o biodiesel o un solvente que no se disuelva en alcanolamina. De preferencia, se separa la mezcla de dos fases obtenida mediante la medida b) (después de separar la celulosa bruta) y, a continuación, la fracción de alcanolamina resultante se separa por destilación.

Mediante las medidas descritas anteriormente, en el sentido de la invención, se aísla gran parte de la alcanolamina para volver a iniciar el proceso de la manera aconsejada. Además, se eliminan los restos de lignina o se alimentan los procesos con lignina y hemicelulosas (poliosas). En principio, entre la obtención de la celulosa bruta y de la celulosa se pueden incluir otras medidas conocidas por el especialista.

A continuación, se explican de manera concreta las medidas de preferencia, mediante las cuales se separa la lignina de los distintos licores residuales: De esta manera, el agua y la alcanolamina empleada se separan mediante destilación, de preferencia, mediante destilación al vacío. También son apropiados otros procesos de separación que contribuyen a reducir la cantidad del extracto de lignina (en caso extremo, hasta la materia seca). La lignina puede lograr separarse bien, si se agrega un medio no soluble a la solución de lignina en alcanolamina. De esta manera, la lignina decanta en forma de partículas sólidas y puede separarse de la alcanolamina mediante un proceso adecuado de separación de sustancias sólidas o líquidas, como la filtración, la centrifugación, la evaporación por capa fina o mediante membrana. Por ejemplo, la lignina puede separarse aplicando dióxido de carbono en el extracto de lignina y alcanolamina, diluido con agua, o mejor aún, lavado después de la extracción de alcanolamina, y, dado el caso, concentrado. Mediante la concentración por una evaporación de película delgada u otro medio de destilación apropiado, se recupera una gran parte de la alcanolamina en forma pura y puede devolverse al proceso. El resto de la alcanolamina se destila una vez que se haya extraído el agua del líquido de precipitación después de separar la lignina (también al vacío). Por consiguiente, la precipitación de la lignina ocurre por la acción del dióxido de carbono y la centrifugación. El compuesto de adición de dióxido de carbono y alcanolamina, que se forma con el dióxido de carbono, puede volver a desintegrarse por completo en forma térmica o incorporando vapor, para quedar como alcanolamina y dióxido de carbono por separado. El residuo se compone de lignina reactiva desintegrada. Ésta puede suministrarse como materia prima química en diversas áreas de uso, por ejemplo, para elaborar duroplastos de poliuretano o aglutinantes. Por consiguiente, mediante las medidas a) y b) anteriormente descritas, en especial, en sus modalidades favorables, se obtiene una fracción que contiene lignina y que es rica en agua o solvente, la cual puede emplearse de múltiples formas, en donde la lignina se concentra y precipita una fracción con un fuerte contenido de lignina y rica en alcanolamina. De la fracción rica en alcanolamina y pobre en agua, sólo es necesario extraer poca agua para poder recuperar la mayor cantidad posible de alcanolamina mediante, por ejemplo, evaporación por capa fina.

Las ventajas que se logran mediante la presente invención son notorias. Todos los compuestos empleados en los mecanismos de reacción se recuperan ampliamente, como la alcanolamina contenida en el medio de desintegración, o se les dan usos provechosos después de reacondicionarlos de manera rentable. En especial, esto es válido para la lignina y los carbohidratos de la solución de desintegración. La celulosa obtenida conforme a la invención muestra una alta pureza y una reactividad extraordinariamente apropiada. Presenta un número Kappa adecuado de menos de 20, parcialmente menor a 15. La celulosa obtenida puede utilizarse de manera provechosa en la elaboración de celulosa de papel y celulosa química, como también en la obtención de energía (bioetanol).

Considerando que como medio de desintegración se utiliza una mezcla de alcanolamina y agua con una parte importante de agua, el consumo de alcanolamina se reduce considerablemente. Dado que la desintegración con un medio de desintegración de alcanolamina y agua en una relación de cantidad de aproximadamente 50:50 transcurre de manera ventajosa, en especial, añadiendo un catalizador, se puede ahorrar una cantidad importante de alcanolamina, en especial, monoetanolamina, lo que conlleva a un aumento significativo de la rentabilidad. La alcanolamina tiene la ventaja de recuperarse mediante una destilación simple al vacío. La invención permite llevar a cabo la desintegración o la extracción a una relación de baño favorable (aproximadamente, entre 8:1 a 2:1), en especial, durante un proceso continuo. Esto actúa de manera positiva en el consumo de vapor durante la desintegración, en comparación con el proceso clásico de desintegración.

El proceso conforme a la invención puede integrarse con pequeñas modificaciones en las instalaciones existentes, siendo solamente necesario invertir en una unidad adicional de destilación. En las instalaciones nuevas, la costosa recuperación de productos químicos se reemplaza por una destilación simple y rentable. Conforme a la invención, la biomasa que contiene lignina se somete a una elaboración ulterior para transformarse en una celulosa con una capacidad de reacción especialmente favorable, pudiendo transformarse, por ejemplo, en azúcares y éstos fermentarse para convertirse en bioetanol, de una forma conocida por el especialista. La alcanolamina obtenida al separar la lignina tiene un valor considerable y puede volver a suministrarse al proceso conforme a la invención. Por último, existe la posibilidad de separar la celulosa bruta (también conforme al estado de la técnica) en celulosa y hemicelulosas y, de esta forma, obtener una celulosa química. En especial, se prefiere utilizar los productos obtenidos conforme a la invención, eventualmente después de la recuperación de alcanolamina, en especial, de la recuperación de monoetanolamina, como materia prima de papel, de energía y materia prima química o como fertilizante de liberación prolongada.

Como ya se indicara, en el marco de la invención se logran importantes ventajas con el uso de la monoetanolamina. Al respecto, cabe notar lo siguiente: Se comprueba que la monoalcanolamina empleada, en especial la monoetanolamina, presenta un alto porcentaje de recuperación, lo que es muy significativo desde el punto de vista económico, en especial, considerando el alto costo de la monoetanolamina, que asciende a EUR 1.400,-/t. En el marco de la invención, el proceso puede ser rentable si se introduce alcanolamina bajo condiciones suaves, dado que se puede optar por una temperatura comparablemente baja para la desintegración, de manera que la MEA no se descomponga (punto de ebullición, 170°C) y una baja inclusión de monoalcanolamina, en especial, MEA, mediante dilución con agua, que, de preferencia, sea en una relación de aproximadamente 1:1. (Nota: debido a las suaves condiciones de dilución, el proceso, de preferencia, se limita a las plantas anuales. Con la madera se deben prever condiciones más severas que permitan la desintegración de la MEA).

A continuación, la invención se explicará con mayor detalle mediante ejemplos en los que también se demostrarán cuáles son los parámetros individuales que revisten una especial importancia para la invención:

Ejemplos:

En las pruebas que se describen a continuación, en todos los casos se empleó paja de trigo de la cosecha de 2008 de una empresa agrícola ubicada en Schleswig-Holstein. La paja se trituró en una trituradora, se separó el material fino y se empleó de esta forma para las desintegraciones en un digestor giratorio de 15 l, con calentamiento del recubrimiento exterior y un sistema de control del proceso. La paja tenía un 90,3% de contenido de sustancias sólidas. En todas las cocciones se emplearon en forma estandarizada 400 g de paja. En todas las desintegraciones, el tiempo de calentamiento a una temperatura máxima fue de 60 min.

Ejemplo 1

En todo el proceso se empleó monoetanolamina (MEA) como alcanolamina. A partir de la siguiente consideración general, se deduce que un punto de vista importante es la monoetanolamina que se usa mezclada con agua y se devuelve al sistema después de obtener celulosa bruta o celulosa propiamente tal. En particular, se procede de la siguiente manera, haciendo referencia al diagrama de flujo adjunto (Fig. 1).

Según un ejemplo de modalidad, una planta para realizar el proceso conforme a la invención, comprende una caldera 2, una instalación de separación 8, una unidad de deslignificación 10 y una unidad de blanqueado 13. Además, la planta comprende una instalación de destilación 11, un recipiente de agua 5, y un recipiente de MEA 4. Los componentes de la planta están unidos mediante tuberías. La disposición y unión de los distintos componentes se explica con mayor detalle en la siguiente descripción del proceso:

La caldera 2 presenta una tubería para la biomasa 1 y una tubería para el catalizador 3, por medio de las cuales se suministra la biomasa y el catalizador a la caldera. De preferencia, la biomasa está compuesta por paja de trigo como planta anual. A la caldera 2 también se le suministra monoetanolamina (MEA) a través de un retorno de MEA 4.2, y agua, a través de una tubería de la caldera 5.4. La biomasa se desintegra en la caldera 2 con una solución de desintegración creada a partir de MEA y agua, en presencia del catalizador. De preferencia, la desintegración se lleva a cabo a una temperatura de cocción que oscila entre los 130°C y 170°C, en especial, entre los 140°C y 160°C, en especial, a 150°C. El tiempo de desintegración, de preferencia, fluctúa entre 130 min y 170 min, en especial, entre 140 min y 160 min, en especial, alrededor de 150 min.

A continuación, la desintegración de la biomasa se lleva a cabo a través de una tubería de desintegración de biomasa 6.1 de la instalación de separación 8. Además, a la instalación de separación 8 se le suministra agua a través de una primera tubería para el agua 5.1 que proviene del recipiente de agua 5. En la instalación de separación 8, la celulosa se separa por etapas a partir de la desintegración de la biomasa. El agua suministrada a través de la primera tubería para agua 5.1 se emplea como agua para lavado. Durante la separación de la celulosa se produce licor de residuos, que comprende la biomasa que se va a la solución y los productos químicos de la desintegración suministrados a la caldera 2, en especial, la MEA. El licor de residuos pasa de la instalación de separación 8 a la instalación de destilación 11 a través de una tubería para licor de residuos 7.1, cuyo funcionamiento explicaremos más adelante.

La celulosa bruta separada en la instalación de separación 8, se suministra a través de una tubería de transmisión de celulosa 6.2 de la unidad de deslignificación 10. Además, la unidad de deslignificación 10 comprende un conducto de oxígeno 10.1 y un suministro de MEA en la forma de un segundo conducto de retorno de MEA 4.3. A través del segundo conducto de retorno de MEA 4.3, se suministra la MEA proveniente del recipiente de MEA 4 al proceso de deslignificación, que tiene lugar en la unidad de deslignificación 10. Además, la unidad de deslignificación 10 está unida al recipiente de agua 5 a través de una segunda tubería para agua 5.2, de modo que se pueda suministrar agua al proceso de deslignificación. En la unidad de deslignificación 10 tiene lugar un blanqueado en base a MEA y O₂, en el que se separa lignina. El filtrado de lignina separado se devuelve a través del conducto de desvío para lignina 9 a la instalación de separación 8 y se utiliza para el lavado de celulosa bruta en la instalación de separación 8.

Después del blanqueado con MEA y O₂ en la unidad de deslignificación 10, la celulosa blanqueada se suministra a la unidad de blanqueado 13 a través del conducto para celulosa 6.3. La unidad de blanqueado 13 comprende además un suministro para el blanqueador 13.1, a través del cual se puede suministrar el blanqueador, por ejemplo O/P, O₃, P, ClO₂, y/o FAS. El proceso de blanqueado en la unidad de blanqueado 13 puede comprender secuencias libres de cloro elemental (ECF) o totalmente libres de cloro (TCF). La celulosa se aclara en la unidad de blanqueado 13 a un alto grado de blanqueado. Además, la unidad de blanqueado 13 recibe agua a través de un tercer conducto para agua 5.5 que proviene del recipiente de agua 5, para lavar la celulosa en la unidad de blanqueado 13. De esta manera, se separa el filtrado del blanqueado de la celulosa y se conduce por un conducto para el filtrado 14. La celulosa obtenida sale de la unidad de blanqueado 13 por un conducto para celulosa 6.4.

El licor de residuos que fue separado en la instalación de separación 8 y se suministró a través del conducto para licor de residuos 7.1 a la instalación de destilación 11, se vuelve a separar en la instalación de destilación 11. Con la separación o destilación en la instalación de destilación 11, se recupera agua y MEA. El agua o el agua residual recuperada se alimenta a través de un conducto de agua residual 5.3 al recipiente de agua 5 y el proceso para la obtención de celulosa vuelve a quedar disponible. La recuperación de MEA ocurre de una manera similar, en la que la MEA se suministra a través de una tubería para MEA 4.1 al recipiente de MEA 4. El recipiente de MEA 4 comprende además, un conducto de MEA 4.4, a través del cual se puede suministrar o rellenar MEA desde afuera. Por lo tanto, esto puede ser conveniente cuando se generan pérdidas de MEA durante el proceso de obtención. Del mismo modo, la instalación de destilación 11 comprende un conducto para sustancias sólidas 12, a través del cual se conducen las sustancias del licor de residuos que quedan después de la separación con agua y MEA, en especial, las sustancias secas del licor de residuos.

Ejemplo 2: (Influencia de la Temperatura en la Desintegración de MEA de Paja de Trigo)

El principal requisito para disminuir la descomposición de MEA durante la desintegración, es disminuir la temperatura de cocción. Por consiguiente, la temperatura de desintegración varía entre 165°C y 130°C. En la Tabla 1 se indican las condiciones empleadas y los resultados. A modo de comparación, se realizaron desintegraciones con soda y soda y antraquinona (AQ), que son los procesos estándares para la desintegración de paja a escala industrial. Se demuestra que es posible disminuir la temperatura de desintegración hasta 150°C (WS 10; WS 3-5), sin disminuir la potencia de deslignificación del sistema (número Kappa) y los rendimientos se mantienen a un nivel alto. En comparación con las desintegraciones convencionales con soda o soda y AQ la producción de celulosa bruta es un 12% mayor, lo que representa un cuarto más de la producción de celulosa a partir de la misma cantidad de materia prima. El blanqueado de las celulosas de MEA eran muy bajos en comparación con las sustancias de soda (15% ISO comparado con un 28% ISO). En este caso, un tratamiento previo del material de desintegración con amoníaco no representó ninguna ventaja (WS7-WS9).

Tabla 1

(Desintegración de Paja de Trigo en Caldera MK de 15 Litros)

Número de Ensayo		WS1	WS2	WS10	WS3	WS4
Proceso de Desintegración		Soda	Soda/ AQ	MEA	MEA	MEA
Código		Soda 1	Soda/ AQ1	MEA5	MEA1	MEA2
Cantidad de Carga	g	400	400	400	400	400
Sustancia Sólida	%	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3
NaOH	%	16	18	0	0	0
AQ	%	/	0,1	/	/	/
MEA	%	/	/	400	400	400
Amoniaco	%	/	/	/	/	/
Relación de Baño	/	4	4	4	4	4
Duración de Calentamiento	min	30	60	60	60	60
Temperatura	°C	160	160	165	160	155
Duración de Ebullición a T° máxima	min	60	100	90	90	150
Valor de pH Final	/	12,2	12,1	/	/	/
Rendimiento Total	%	46,5	48	56,6	57,1	56,4
Proporción de Material de Contenido	%	42,6	46,3	54,1	53,6	53,3
Astilla	%	3,9	1,7	2,5	3,5	3,1
Viscosidad	g/ml	877	906	1020	1002	991
Blanqueado	% ISO	28	28,2	14,7	16	16,4
Número Kappa	/	14,6	12,1	16,7	17,4	17,3

(Continuación de Tabla 1)

WS5	WS6	WS7	WS8	WS9	WS11
MEA	MEA	A-MEA	A-MEA	A-MEA	MEA
MEA3	MEA4	AMEA1	AMEA2	AMEA3	MEA6
400	400	400	400	400	400
90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3
0	0	0	0	0	0
/	/	/	/	/	/
400	400	400	400	400	400
/	/	10	10	10	/
4	4	4	4	4	4
60	60	60	60	60	60
150	150	150	140	130	150
240	150	150	150	240	90
/	/	/	/	/	/
56,8	58,9	57,6	58,4	64	57,6
54	54,3	53	55,3	52,8	56,3
2,8	4,6	4,6	3,1***	11,2	1,3***
991	948	909	863	818	/
15,5	15,5	19	16,8	15	/
17,1	18,7	18,7	21,8	24,8	/

Observaciones:

* Desintegración de MEA = Relación de MEA/Paja, adición de 250 ml de agua para riego sin pérdida de MEA, relación de baño efectivo: 4,77

** A-MEA: con tratamiento previo de amoníaco: paja 10%/atro, baño 3:1, 33 min de tiempo de calentamiento a 120°C, 10 min a 120°C, luego de gases de escape

*** Adicionalmente, se disminuyó el material de ebullición antes del aumento en la despulpadora con un Ultra-Turrex (Ensayo preliminar para el balance de MEA), a través de lo cual el separador fue menor y contenido de material mayor.

Ejemplo 3 (Reemplazo de una parte de MEA en la desintegración a través de agua)

Para continuar con la reducción del consumo específico de MEA en la desintegración, MEA fue reemplazada por agua en forma gradual. Los resultados se describen en la siguiente Tabla 2. Una reducción de la proporción de MEA en la solución de la desintegración de hasta un 50% tuvo un escaso efecto negativo sobre la desintegración. El número de Kappa aumentó bajo condiciones constantes sólo a 2,5 unidades (WS6; WS16, 17). La reducción del contenido de MEA de la solución de la desintegración a 37,5% aumentó el número Kappa con una unidad más (WS23), mientras esta aumentó en un 25% la proporción de MEA a 16 unidades, además de un fuerte incremento de las proporciones de paja por desintegrar que no son suficiente para un desfibrado en forma de astillas (WS18). Sobre la base de estos resultados, se trabajó las ebulliciones estándares con relaciones de MEA-H₂O de 50:50.

Tabla 2

Número de Ensayo	WS6	WS16	WS17	WS18	WS19	WS20	WS21	WS22	WS23	WS23
Proceso de Desintegración	MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA
Código	MEA4	MEAS1	MEAS2	MEAS3	MEAS4	MEAS5	MEAS6	MEAS7	MEAS8	MEAS9
Cantidad de Carga (gr)	400	400	400	400	400	400	400	400	400	400
Sustancia Sólida (%)	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3
AQ (%)	/	/	/	/	0,1	0,1	0,1	/	/	0,1
MEA (%)	100	75	50	25	50	25	37,5	50	37,5	100
Agua (%)	/	25	50	75	50	75	62,5	50	62,5	/
DMAP (%)	/	/	/	/	/	/	/	0,1	/	/
Relación de Baño*	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Duración de Calentamiento (min)	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60
Temperatura	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150
Duración de Ebullición a T° máxima (min)	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150
Rendimiento Total (%)	58,9	57,6	59,7	62,6	57,7	61,5	56,8	56,9	58,6	53,5
Proporción de Material de Contenido (%)	54,3	54,8	56	52	56	56,2	54,9	54,1	54,7	52
Astilla (%)	4,6	2,8	3,7	10,6	1,7	5,35	1,9	2,8	3,9	1,5
Viscosidad (mg/l)	948									
Blanqueado (ISO %)	15,5	12,4	14,8	10,6	15,7	10,2	15,1	14,8	14,5	15,5
Número Kappa	18,7	19,5	22,2	39	15,7	29,4	19,5	18,3	23,6	14,6

(Continuación de Tabla 2:)

WS25	WS26	WS27	WS28	WS29	WS30	WS31	WS32	WS33	WS34		
W-MEA	WOMEA	WOME A	W-MEA	MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA	W-MEA		
MEAS1 0	MEAS1 1	MEAS1 2	MEAS1 3	MEAS1 4	MEAS1 5	MEAS1 6	MEAS17 *	MEAS18 *	MEAS19 *		
400	400	400	400	400	400	400	400	400	400		
90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3	90,3		
0,05	0,1	0,1	/	/	/	0,1	0,1	0,1	0,1		
50	37,5	37,5	37,5	100	50	50	50	50	50		
50	62,5	62,5	62,5	/	50	50	50	50	50		
/	/	/	0,1	0,1	0,1	0,1	/	/	/		
4	4	4	4	4	4	4	4	4	4		
60	60	60	60	60	60	60	60	60	60		
150	150	150	150	150	150	150	150	150	150		
150	150	150	150	150	150	150	150	150	150		
56,7	55,3	55,2	57	52,8	56,9	57	56,9	56,4	56,7	56,6	Promedio
54,6	53,6	51,8	53	50,4	53,3	55	55	54,5	55	54,8	
2,1	1,7	3,6	4	2,4	3,6	2	1,9	1,9	1,7	1,8	
15,3	14,8	13,3	13,3	14,2	14,5	14,4				14,4	
16,6	17,8	18,5	23,8	18	20	17,3	17,1	17,2	17,5	17,2	

Observaciones:

W = agua
O = oxígeno

En MEAS 11, reemplazo de oxígeno según la ebullición, en especial, en la fase de enfriamiento
En MEAS 12, reemplazo de oxígeno una hora antes del final de la ebullición

* Ebulliciones para el blanqueado

Ejemplo 4 (Uso de catalizadores en el sistema de desintegración de MEA-H₂O)

Debido a que la desintegración de MEA se lleva a cabo bajo condiciones alcalinas y en métodos de desintegración alcalina conocidos, tales como los procesos con soda y con Kraft, AQ sirve como catalizador para acelerar la desintegración y para estabilizar los carbohidratos contra una descomposición biológica del final de la cadena; el cual también fue usado en la desintegración de MEA de este catalizador. Cantidades de 0,05 a 0,1%/materia prima aceleran significativamente la desintegración. Asimismo, el número Kappa se reduce de 4 a 5 unidades (WS19-21; WS24, 25). Por medio de lo anterior, con una relación de MEA/H₂O de 37,5 : 62,5, es posible obtener la misma deslignificación que en una desintegración de MEA limpia. Sin embargo, el uso de DMAP (4-dimetilaminofenol-clorhidrato) como catalizador, no tuvo efectos sobre la desintegración (WS22; WS28-31).

Ejemplo 5 (Uso de MEA como fuente de álcali en la deslignificación de oxígeno de MEA-celulosas)

Para activar el oxígeno en la nueva deslignificación de celulosas, preferentemente se usará NaOH como fuente de álcali. Se analizó si MEA se puede reemplazar como fuente de álcali de NaOH, ya que esta es una ventaja para el cierre del proceso de fabricación de celulosa, cuando se usa la misma base en la ebullición y la deslignificación del oxígeno. En la Tabla 3 se recopilan resultados de deslignificación de oxígeno que usan tanto NaOH y MEA como fuente de álcali. La cantidad de NaOH ascendió a 2 y 3%, mientras se usó de 10 a 160% de MEA/materia fibrosa. La temperatura de reacción osciló entre 90 y 110⁰ C, mientras que la duración de la reacción se mantuvo constante con 90 min.

En un número Kappa de salida de celulosa sin blanquear de 19,5, este pudo reducirse hasta la mitad según la temperatura y la cantidad de álcali. En este caso, MEA tuvo una alta eficacia, en donde, de todos modos fue necesario un 20% de MEA/ materia fibrosa para lograr un número Kappa de 10,9 a 90°C, lo cual es apropiado para un nuevo blanqueado de la celulosa (Tamaño Etapa O). El licor de residuos del blanqueado resultante se puede separar en una colada y se puede usar para la colada del material de la caldera. A continuación, esta se puede volver a elaborar con la solución de la desintegración (recuperación de productos químicos).

Tabla 3

	NaOH (%)	MEA-Carga (%)	Temp.	Tiempo (min)	Número Kappa	Blanqueado (% ISO)	Grado de Designificación (%)
MEAS6	/	/	/	/	19,5	15,1	/
MEAS6-01	/	10	90	90	13	18,7	33,3
MEAS6-02	/	20	90	90	12,3	19,8	37
MEAS6-03	/	40	90	90	11,5	20,1	41
MEAS6-04	/	80	90	90	10,8	23	44,6
MEAS6-05	/	120	90	90	10,8	26,05	44,6
MEAS6-06	/	160	90	90	9,5	26,3	51,3
MEAS6-07	2	/	90	90	10,6	24,6	45,6
MEAS6-08	3	/	90	90	9,5	26,9	51,3
MEAS6-09	/	10	100	90	12,6	22	35,4
MEAS6-10	/	20	100	90	11,6	24,4	40,5
MEAS6-11	/	40	100	90	10,8	26,9	44,6
MEAS6-12	/	80	100	90	10,6	28,6	45,6
MEAS6-13	/	120	100	90	10,7	28,6	45,1
MEAS6-14	/	160	100	90	10,5	28,6	46,1
MEAS6-15	2	/	100	90	9,7	28,2	50,2
MEAS6-16	3	/	100	90	9,4	31,1	51,8
MEAS6-17	/	10	110	90	10,2	24,8	47,7
MEAS6-18	/	40	110	90	10,2	27,2	47,7
MEAS6-19	/	160	100	90	10,5	25,3	46,1
MEAS6-20	3	/	110	90	8,1	35,3	58,5
MEAS4	/	/	/	/	16	15,7	/
MEAS4-021	/	20	90	90	9,5	24,3	40,6
MEAS4-022	/	80	90	90	9,4	27,2	41,2
MEAS4-23	/	160	90	90	9	27,7	43,7
MEAS4-024	2	/	90	90	8,7	27,3	45,6
Ebullición para blanqueado	/	/	/	/	17,2	14,4	/
Tamaño Etapa O	/	20	90	90	10,9	21,3	36,6

Observaciones:

En todos los ensayos de O, densidad de materia: 20%; presión O: 6 bar; rendimiento según la etapa O: 97,2%

Ejemplo 6 (Blanqueado de MEA-celulosa)

La celulosa deslignificada con oxígeno con un número Kappa de 10,9 fue blanqueada en una secuencia de blanqueado totalmente libre de cloro (TCF) y una secuencia de blanqueado bajo la aplicación de una cantidad reducida de dióxido de cloro (D). Cada etapa de blanqueado se mejoró al máximo y se usaron las condiciones optimizadas de toda la secuencia para blanquear una mayor cantidad de celulosa a fin de facilitar las propiedades de fabricación del papel de celulosa.

Después de la etapa de oxígeno, la sustancia se trató en una etapa de secuestrantes (Q) para la eliminación de metales pesados. Se usaron diferentes secuestrantes, dado el caso, combinaciones de secuestrantes (vea la Tabla 4). Para el mejoramiento de la solubilidad de los metales pesados, la sustancia se colocó con ácido sulfúrico a un valor de pH de entre 4 y 2,5. Luego de 30 minutos de duración del tratamiento a 60°C, se produjo la eliminación de los metales complejos en una colada. A continuación, las sustancias se blanquearon en una etapa de oxígeno reforzada con peróxido (OP) y a modo de alternativa, sólo con peróxido. Las condiciones de estas etapas fueron variadas para encontrar condiciones óptimas (vea la Tabla 4). Los resultados muestran que una mayor reducción del valor del pH en la etapa Q, mejora la eficacia de la etapa siguiente de blanqueado. En relación con el efecto de blanqueado, la etapa OP fue superior a la Etapa P considerando la aplicación de peróxido. Por esta razón, en las siguientes secuencias de blanqueado se usó la Etapa OP.

Como se mencionó anteriormente, al final del blanqueado se usó tanto celulosa como dióxido de cloro (D), como también ozono (Z) (vea la Tabla 5). En estas etapas, nuevamente se añadieron secuestrantes a fin de presentar la etapa de ozono y la etapa final de peróxido (P) en forma selectiva.

La etapa de dióxido de cloro se ha mejorado al máximo con respecto a la aplicación de productos químicos y para determinar una cantidad de 0,2% de dióxido de cloro/celulosa para el blanqueado de la carga bruta. En el tratamiento con ozono, se aplicó 0,35% de ozono en forma constante. Para ambas variantes de blanqueado, se usó finalmente una etapa de peróxido, la cual, una vez más, fue mejorada al máximo con respecto a la utilización de productos químicos. En el blanqueado final de la carga bruta, se usó respectivamente, 2% de H_2O_2 y 2% de NaOH.

El blanqueado final alcanzado en la secuencia 0-OP-(DQ)-P fue de 79,8% ISO, mientras que en la secuencia 0-OP-(ZQ)-P se alcanzó un blanqueado de 80,1% ISO (Tabla 5). Este es un blanqueado suficiente para la mayoría de los campos de aplicación de celulosa de paja.

Tabla 4

	NaOH (%)	H ₂ O ₂ (%)	DTPA (%)	DTPMPA (%)	MgSO ₄ (%)	Na ₂ SiO ₃ (%)	T (°C)	Tiempo (min)	Número Kappa	Blanqueado	Residuo-H ₂ O ₂	Grado de Designificación (%)
O	/	/	/	/	/	/	/	/	10,9	21,3	/	/
Q*	/	/	0,2	/	/	/	60	30	10,9	28,1	/	/
OP1	2,5	4	/	0,05	0,1	/	98	90	5,8	51,6	0	46,8
OP2	2,5	4	/	0,05	0,1	2	98	90	4,8	62,5	0	56
OP3	2,5	4	/	0,05	0,1	2	98	90	4,6	63,5	0	57,8
OP4	2	3	/	0,05	0,1	2	98	90	5	61,2	0	54,1
Q**	/	/	0,2	/	/	/	60	30	10,9	29,8	/	/
OP5	2	1	/	/	/	2	98	90	5,6	53,3	0	48,6
OP6	2	1,5	/	/	/	2	98	90	5	59,3	0	54,1
OP7	2	2	/	/	/	2	98	90	4,7	60,4	0	56,9
OP8	2	2,5	/	/	/	2	98	90	4,7	63	0	59,9
Tamaño OP	2	1,5	/	/	/	2	98	90	4,8	56	0	56
Q***	/	/	0,2	/	/	/	60	30	4,8	57	/	/
P1	1,5	1	/	/	/	2	80	240	3,4	50,5	0	29,2
P2	1,75	2	/	/	/	2	80	240	3,3	50,2	0	31,2
P3	2	3	/	/	/	2	80	240	3,2	49,3	0	33,3
P4	2,25	4	/	/	/	2	80	240	3,2	55	0	33,3
P5	1,5	1	/	/	/	3	80	120	3,3	54,1	0	31,2
P6	1,75	2	/	/	/	3	80	120	3,2	55,6	0	33,3
P7	2	3	/	/	/	3	80	120	3,2	57,6	0	33,3
P8	2,25	4	/	/	/	3	80	120	3,2	58,8	0	33,3
P9	1,5	1	/	/	/	3	70	120	3,3	55,6	0	31,2
P10	1,75	2	/	/	/	3	70	120	3,3	56,2	0	31,2
P11	2	3	/	/	/	3	70	120	3,2	55,4	0	33,3
P12	2,25	4	/	/	/	3	70	120	3,2	57,7	0	33,3

Observaciones:
Q *: pH inicial 4 - pH final 4,5
Q **: pH inicial 2,8 – pH final 3,2
Q ***: pH inicial 2,5 - pH final 3

Tabla 5

	ClO ₂ (%)	Ozono (%)	NaOH (%)	H ₂ O ₂ (%)	DTPA (%)	DTPM PA (%)	MgSO ₄ (%)	Na ₂ SiO ₃ (%)	T (°C)	Tiempo (min)	Número Kappa	Blanqueado	Residuo -H ₂ O ₂	Grado de Designificación (%)
OP	/	/	2	1,5	/	/	/	2	98	90	4,8	56	/	56
D(Q)1	0,2	/	/	/	0,2	/	/	/	70	120	3,2	66,5	/	33,3
D(Q)2	0,4	/	/	/	0,2	/	/	/	70	120	3	67,2	/	37,5
D(Q)3	0,6	/	/	/	0,2	/	/	/	70	120	2,7	68,4	/	43,7
Tamaño de D(Q)	0,2	/	/	/	0,2	/	/	/	70	120	3,3	69,8	/	31,2
D(Q)P2	/	/	1,5	2	/	/	/	2	70	30	3	70,9	99,1	6,2
D(Q)P2	/	/	1,5	2	/	/	/	2	70	30	2,7	71,5	99,6	10
D(Q)P3	/	/	1,5	2	/	/	/	2	70	30	2,4	73,8	99,2	11,1
Dg(Q)P1	/	/	2	2	/	/	/	3	70	120	2,7	78,7	98,9	18,2
Dg(Q)P2	/	/	2,5	4	/	/	/	3	80	240	2,5	80,9	40,2	24,2
Dg(Q)P3	/	/	2	2	/	/	/	3	80	240	2,7	79,7	66,6	18,2
Dg(Q)P4	/	/	2,25	3	/	/	/	3	80	240	2,6	80,1	62,8	21,2
Dg(Q)P5	/	/	2,5	4	/	/	0,2	/	80	240	2,7	80,2	41,3	18,2
Tamaño de Dg(Q)P	/	/	2	2	/	/	0,2	/	80	240	2,7	79,8	42,2	18,2
Tamaño de Z(Q)	/	0,35	/	/	0,2	/	/	/	50	9,59	1,2	78,62	/	75
Z(Q)P1	/	/	1	0,5	/	/	0,2	/	70	120	0,9	78,7	88	25
Z(Q)P2	/	/	1,2	1	/	/	0,2	/	70	120	0,8	78,9	74	33,3
Z(Q)P3	/	/	2	2	/	/	0,2	/	80	120	0,8	81,4	67	33,3
Tamaño de Z(Q)P	/	/	2	2	/	/	0,2	/	80	120	0,8	80,5	89,8	33,3

Ejemplo 7 (Propiedades tecnológicas de MEA-celulosas)

Las Tablas de 6 a 8 contienen valores tecnológicos y ópticos de celulosas no blanqueadas y de celulosas propiamente tal, que fueron blanqueadas en dos secuencias diferentes. Los valores entregados son muy buenos para las celulosas de paja de trigo, en especial, al tener en cuenta los altos rendimientos de la celulosa. Los valores de resistencia aumentan aún más después del blanqueado, lo que no sucede en el caso de las celulosas que se fabrican en procesos convencionales. Lo anterior también puede deberse a las condiciones de desintegración moderadas de los procesos de MEA. El blanqueado reduce en parte el alto contenido de hemicelulosa de MEA-celulosa, el cual tiene un efecto positivo en las resistencias.

Las comparaciones realizadas entre celulosas de paja de trigo, fabricadas en procesos de MEA y en procesos convencionales de soda y de AQ, han demostrado que las MEA-celulosas son tecnológicamente superiores a las respectivas sustancias de soda.

Tabla 6

Materia Prima:		Paja de trigo		Aplicación de productos químicos 200%		Rendimiento: 56,6 %		Material del contenido: 54,80%		
Desintegración:		MEA		Número Kappa: 17.2 /		Blanqueado de la sustancia blanqueada inic. 14,4 % ISO		Viscosidad:		
WS 32-34; MEAS 17-19		1º grado de molienda	2º grado de molienda	3º grado de molienda	4º grado de molienda	5º grado de molienda	6º grado de molienda	Grado de molienda	Grado de molienda	Grado de molienda
Grado de molienda	°SR	33	42,5	47,5	55,5			40	45	50
Grado de molienda CSF	ml	383	279	235	177			304	256	216
Duración de la molienda	min	0	1	2	5			1	2	3
Volumen específico	cm³/g	2,2	2,22	1,89	1,8			2,22	2,06	1,86
Longitud de rotura	km	6,23	6,84	7,23	7,55			6,68	7,04	7,33
Presión de rotura	kPa	226	272	288	310			260	280	295
Presión de rotura 80g/m²	kPa	244	299	315	341			285	307	323
Resistencia de presión de rotura	cN	24,9	24	22,7	22,7			24	23	23
Resistencia de presión de rotura 100g/m²	cN	33,6	32,9	31,2	31,3			33	32	31
Número de pliegues										
Valor de resistencia		4,6	4,7	4,7	4,9			4,7	4,7	4,8
Índice de tensión	Nm/g	61,2	67,1	70,9	74,1			65,5	69	71,9
Índice de desgaste	mN* m²/g	3,4	3,3	3,1	3,1			3,3	3,2	3,1
Índice de rotura	kPa* m²/g	3,1	3,7	3,9	4,3			3,6	3,8	4,0
Absorción	m²/kg	12,06	11,01	10,23	10,39			11,29	10,62	10,28
Opacidad 80g/m²	%	98,9	98,3	97,6	97,5			98,5	98	97,6
Solubilidad	m²/kg	24,6	21,6	19,2	18,7			22,4	20,4	19,0
Blanqueado en Hoja RK	% ISO	24,6	23,4	22,9	22,2					
Porosidad	ml/min	52	33	31	28					
Rugosidad	ml/min	2336	3566	3000	2829					
Gurley	sek	230	330	356	418					

Observaciones:
Papel de paja de trigo de MEA32-34 sin blanquear (15.10.2008)
150° C, 150 min, materia prima para investigaciones de blanqueado
Designación de sustancia WS 32-34; MEAS 17-19

Tabla 7

Materia Prima: Paja de trigo		Aplicación de productos químicos: 200%				Rendimiento: 56,6 %		Blanqueado OQ(OP)ZP	
Desintegración: MEA		Número Kappa: 0,8 /				Blanqueado de la sustancia blanqueada 14,4 % ISO		WG, blanq. 80,5	
WS 32-34; MEAS 17-19		1º grado de molienda	2º grado de molienda	3º grado de molienda	4º grado de molienda	5º grado de molienda	6º grado de molienda	Grado de molienda	Grado de molienda
Grado de molienda	*SR	32	42,5	46,5	53,5			40	45
Grado de molienda CSF	ml	396	279	244	190			304	256
Duración de la molienda	min	0	1	2	5			1	2
Volumen específico	cm³/g	2,2	1,91	1,82	1,65			1,98	1,85
Longitud de rotura	km	6,26	7,31	7,4	7,93			7,06	7,37
Presión de rotura	kPa	290	345	347	351			332	346
Presión de rotura 80g/m²	kPa	292	341	350	358			329	347
Resistencia de presión de rotura	cN	28,8	28,5	26,8	24,2			29	27
Resistencia de presión de rotura 100g/m²	cN	36,3	35,2	33,8	30,9			35	34
Número de pliegues									
Valor de resistencia		4,8	5,1	5,0	5,0			5,0	5,0
Índice de tensión	Nm/g	61,5	71,7	72,6	77,8			69,3	72,3
Índice de desgaste	mN* m²/g	3,6	3,5	3,4	3,1			3,5	3,4
Índice de rotura	kPa* m²/g	3,7	4,3	4,4	4,5			4,1	4,3
Absorción	m²/kg	0,25	0,26	0,29	0,48			0,26	0,28
Opacidad 80g/m²	%	74,8	71,6	69,6	69			72,3	70,3
Solubilidad	m²/kg	24,4	20,1	18,5	15,5			21,1	19,1
Blanqueado en Hoja RK	% ISO	81,7	80	78,1	71,5				
Porosidad	ml/min	64	45	37	20				
Rugosidad	ml/min	1823	2416	2983	3019				
Gurley	sek	179	307	382	612				

Observaciones:

Paja de trigo de MEA32-34 OQ(OP)(ZQ)P-1 (15.10.2008)
150° C, 150 min, blanqueado
Designación de sustancia WS 32-34; MEAS 17-19

Tabla 8

Materia Prima: Paja de trigo		Aplicación de productos químicos: 200%				Rendimiento: 56,6 %		Blanqueado OQ(OP)DP		
Desintegración: MEA		Número Kappa: 2,7 /				Blanqueado de la sustancia blanqueada 14,4 % ISO		WG, blanq. 79,8		
WS 32-34; MEAS 17-19		1º grado de molienda	2º grado de molienda	3º grado de molienda	4º grado de molienda	5º grado de molienda	6º grado de molienda	Grado de molienda	Grado de molienda	Grado de molienda
Grado de molienda	°SR	34,5	45	48,5	55			40	45	50
Grado de molienda CSF	ml	364	256	227	180			304	256	216
Duración de la molienda	min	0	1	2	5			1	1	3
Volumen específico	cm³/g	1,98	1,79	1,78	1,69			1,88	1,79	1,76
Longitud de rotura	km	6,41	7,27	7,48	8,02			6,86	7,27	7,61
Presión de rotura	kPa	290	339	346	357			315	339	349
Presión de rotura 80g/m²	kPa	300	343	357	369			323	343	360
Resistencia de presión de rotura	cN	28	28,1	26,4	24,2			28	28	26
Resistencia de presión de rotura 100g/m²	cN	36,2	35,6	34	31,2			36	36	33
Número de pliegues										
Valor de resistencia		4,8	5,1	5,0	5,0			5,0	5,1	5,0
Índice de tensión	Nm/g	62,9	71,3	73,4	78,6			67,3	71,3	74,6
Índice de desgaste	mN* m²/g	3,6	3,6	3,4	3,1			3,6	3,6	3,3
Índice de rotura	kPa* m²/g	3,8	4,3	4,5	4,6			4	4,3	4,5
Absorción	m²/kg	0,3	0,32	0,32	0,48			0,31	0,32	0,36
Opacidad 80g/m²	%	75	72,7	70,8	69			73,8	72,7	70,4
Solubilidad	m²/kg	23,3	20,6	18,8	15,6			21,9	20,6	18,1
Blanqueado en Hoja RK	% ISO	78,6	76,8	76,7	71,5					
Porosidad	ml/min	43	25	22	18					
Rugosidad	ml/min	1095	1410	1320	2461					
Gurley	sek	284	471	574	745					

Observaciones:

Paja de trigo de MEA32-34 OQ(OP)(DQ)P (15.10.2008)
150° C, 150 min, blanqueado
Designación de sustancia WS 32-34; MEAS 17-19

Ejemplo 8 (Análisis elemental de las respectivas sustancias del licor de residuos en la desintegración en la solución después de la recuperación de MEA)

El uso de disolventes orgánicos de bajo punto de ebullición para la fabricación de celulosa permite la separación de disolventes y de componentes relativos a la solución del material de desintegración por medio de la destilación. Mientras se reutilice el disolvente, se debe encontrar un uso de las sustancias disueltas. En el proceso convencional, lo anterior corresponde a usos energéticos, relacionados con la recuperación de productos químicos de desintegración inorgánicos.

En el caso de la desintegración de MEA, además de la combustión de la sustancia del licor de residuos luego de la destilación de MEA, también es posible usar la lignocelulosa disuelta como materia prima química o como abono orgánico con efectos a largo plazo. El aprovechamiento de este último requiere un alto contenido de nitrógeno. Este nitrógeno se libera lentamente en contraste con el nitrógeno inorgánico respectivo a través de la descomposición microbiana del sustrato sobre los suelos. Por otro lado, las lignocelulosas tienen además una gran absorción de agua y capacidad de unión con el agua y aumentan el volumen de poro de los suelos. Según se muestra en la [Tabla 9](#), el licor de residuos libres en MEA presenta nitrógeno orgánicamente asociado en aproximadamente 6%.

Tabla 9
(Análisis Elemental)
ThermoQuest EA 1112

	Fecha de	Nitrógeno (%)	Carbono (%)	Hidrógeno (%)	Oxígeno
--	----------	---------------	-------------	---------------	---------

Sustancia	los análisis							(%)
		Valor medido	Promedio	Valor medido	Promedio	Valor medido	Promedio	MW
Paja de trigo 016	08/11/2008 08/11/2008	0,46	0,45	41,83	41,88	5,66	5,61	52,05
Paja de trigo 017		0,44		41,93		5,57		
MB1 Remanente 1 p2 034	08/11/2008 08/11/2008	5,98	6,02	47,16	47,45	6,39	6,44	40,08
MB1 Remanente 1 p2 035		6,07		47,75		6,50		
MB1 Remanente 2 p2 036	08/11/2008 08/11/2008	6,91	6,92	45,34	45,6	6,79	6,78	40,7
MB1 Remanente 2 p2 037		6,93		45,86		6,77		

*) levemente heterogéneo
*) heterogéneo
*) muy heterogéneo

Lista de Términos Afines

- 1 Tubería de alimentación de biomasa
- 2 Caldera
- 3 Tubería de alimentación del catalizador
- 4 Contenedor de MEA
- 4.1 Tubería de alimentación de MEA
- 4.2 Primer retorno de MEA
- 4.3 Segunda retorno de MEA
- 4.4 Conducto de MEA
- 5 Recipiente de agua
- 5.1 Primera tubería de agua
- 5.2 Segunda tubería de agua
- 5.3 Tubería de aguas residuales
- 5.4 Tubería de alimentación de la caldera
- 5.5 Tercera tubería de agua
- 6.1 Tubería de desintegración de biomasa
- 6.2 Tubería de transmisión de la celulosa
- 6.3 Tubería de alimentación de celulosa
- 6.4 Desvío de celulosa
- 7.1 Desvío de licor de residuos
- 8 Instalación de la separación
- 9 Desvío de lignina
- 10 Unidad de deslignificación
- 10.1 Tubería de alimentación de oxígeno
- 11 Instalación de la destilación
- 12 Desvío de sustancias sólidas
- 13 Unidad de blanqueado
- 13.1 Suministro del blanqueador
- 14 Desvío de filtrados

REIVINDICACIONES:

1. Proceso para la obtención de celulosa por medio de la separación de lignina a partir de una biomasa que contiene lignocelulosa en forma de plantas o partes de plantas, donde la biomasa que contiene lignocelulosa en un medio alcalino, contiene la alcanolamina, la cual se desintegra en una caldera y donde se separa la lignina disuelta de la celulosa bruta contenida, caracterizado porque la biomasa que contiene la lignocelulosa no proviene de la madera y porque se desintegra a una temperatura de menos de 170°C en un medio de desintegración basado en alcanolamina y agua, en donde la relación de peso entre la alcanolamina y el agua oscila entre 80:20 y 20:80, y donde la celulosa bruta resultante se separa de acuerdo con los procesos habituales de licor de residuos.
2. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 1, caracterizado porque la biomasa que contiene la lignocelulosa corresponde a plantas anuales.
3. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque se trata el cereal, en especial, la paja de trigo como biomasa que contiene lignocelulosa.
4. Proceso de acuerdo con una de las Reivindicaciones de la 1 a la 3, caracterizado porque se usa alcanolamina de cadena corta, en especial, una alcanolamina con 1 a 4 átomos de carbono como alcanolamina.
5. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 4, caracterizado porque se usa monoetanolamina, monopropanolamina y/o monobutanolamina, en especial, monoetanolamina, como alcanolamina.
6. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación de alcanolamina al agua se establece de 70:30 a 30:70, en especial, de 60:40 a 40:60.
7. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 6, caracterizado porque la relación de alcanolamina al agua se establece de 53:57 a 57:53.
8. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de desintegración se establece a menos de aproximadamente 165°C, en especial, a menos de 150°C.
9. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de desintegración se establece a más de alrededor de 120°C, en especial, sobre aproximadamente 140°C.
10. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 8 ó 9, caracterizado porque la temperatura de desintegración se establece de 140 a 160°C.
11. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la desintegración se realiza después de calor durante periodos de 15 a 16 minutos, en especial, de 1 a 3 h.
12. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 11, caracterizado porque la desintegración se lleva a cabo durante periodos de 2 a 3 horas.

13. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación de baño de la biomasa (sustancia seca) por desintegrar y el medio de desintegración de alcanolamina/agua se determina en alrededor de 8:1 a 2:1, en especial, a cerca de 5:1 a 3:1.
14. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la desintegración en la caldera se realiza en forma continua.
15. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la desintegración se lleva a cabo ante la presencia de un catalizador, en especial, en forma de una quinona.
16. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 15, caracterizado porque se selecciona antraquinona como catalizador.
17. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la celulosa bruta se separa del licor de residuos de la caldera por medio de separación sólida y líquida, en especial, de filtración, prensas o centrifugación y donde el filtrado del licor de residuos, si es necesario, después de la evaporación, obtiene una alcanolamina, la cual se reduce en la caldera.
18. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 17, caracterizado porque la celulosa bruta resultante se lava y donde la lejía del lavado contenida se fusiona con el licor de residuos del digestor.
19. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la celulosa bruta se separa del licor de residuos del digestor y dado el caso, se lava y se blanquea.
20. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 19, caracterizado porque el blanqueado en relación con la etapa de alcanolamina/oxígeno, se realiza con alcanolamina como fuente álcali para una posterior deslignificación, en donde la celulosa blanqueada de porciones líquidas adheridas, que aún contienen alcanolamina, se separa, en especial, se prensa o se filtra, a fin de dirigir la fase líquida enriquecida en alcanolamina, en especial, el filtrado, nuevamente hacia la caldera.
21. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una evaporación, que dado el caso, se realiza en los diferentes pasos del proceso, se produce con poca carga térmica, especialmente en un evaporador de capa fina, un evaporador de película o un evaporador tubular.
22. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la deslignificación se realiza varias veces en una caldera.
23. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones de la 19 a la 22, caracterizado porque el filtrado, que se ha obtenido por la acción de blanqueado, se utiliza como solución de lavado para el lavado de la celulosa bruta sin blanquear.
24. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la celulosa bruta o que es obtenida después del blanqueado con la etapa de alcanolamina y oxígeno, se somete a otro blanqueado en secuencias habituales de ECF y TCF.
25. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones de la 19 a la 24, caracterizado porque el blanqueado, en especial, el blanqueado subsiguiente de la celulosa se realiza por medio de la acción de

peróxido de oxígeno/hidrógeno, peróxido de hidrógeno en presencia de NaOH, O₃, ClO₂ y/o ácido de formamidinsulfínico (FAS).

26. El uso del producto obtenido según el procedimiento de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, dado el caso, después de la recuperación de la alcanolamina, en especial, la recuperación de la monoetanolamina, como materia de papel, energía y materias primas químicas, o bien, como fertilizante orgánico con contenido de N.

TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES

De la:
AUTORIDAD ENCARGADA DEL EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL

Para:
MEISSNER, BOLTE & PARTNER GBR
Casilla 86 06 24
D-81633 Munich
ALEMANIA

PCT

COMUNICADO SOBRE ENVÍO DEL INFORME PRELIMINAR INTERNACIONAL PARA PATENTABILIDAD

(Regla 71.1 del PCT)

Fecha de envío (día/mes/año):	26.05.2011
-------------------------------	------------

INFORME IMPORTANTE.

Referencia de archivo del solicitante o apoderado:
L/2683/3-PCT

No. de solicitud internacional: PCT/EP2010/001179	Fecha de presentación internacional (día/mes/año): 25.02.2010	Fecha de prioridad (día/mes/año): 09.04.2009
--	--	---

Solicitante:
Zylum Beteiligungsgesellschaft mbH & Co.

- Se le informa al solicitante que por medio del presente, la autoridad encargada del examen preliminar internacional le envía el informe preliminar internacional de patentabilidad emitido para la solicitud internacional, con los anexos correspondientes, en caso que corresponda.
- Se envía una copia del informe (con los respectivos anexos, en caso que corresponda) a la oficina internacional para que se transmita a todos los departamentos seleccionados.
- Por petición de uno de los departamentos seleccionados, la oficina internacional preparará una traducción al inglés del informe (sin incluir los anexos) y se enviará a dicho departamento.
- RECORDATORIO**
Para ingresar a la fase nacional, el solicitante debe realizar determinadas acciones (realizar las traducciones y pago de impuestos nacionales) ante cada departamento seleccionado en un plazo de 30 meses a partir de la fecha de prioridad (o en algunos departamentos incluso más tarde) (Artículo 39 (1)) (véase también la información entregada por la Oficina Internacional en el formulario PCT/IB/301).
Si se debiera enviar una traducción de la solicitud internacional a un departamento seleccionado, dicha traducción debe contener la traducción de todos los anexos del informe preliminar internacional para patentabilidad. El solicitante debe encargarse de que se realicen dichas traducciones y de hacerlas llegar directamente a los departamentos seleccionados correspondientes.
El solicitante debe informarse sobre las demás particularidades relacionadas con los plazos y las exigencias de los departamentos seleccionados que aparecen en el Tomo II de la Guía para PCT.
Al solicitante se le advertirá sobre el artículo 33(5), en el cual se explica que los criterios de novedad, actividad inventiva y aplicabilidad industrial, que se describen en el artículo 33(2) a (4), sólo son importantes para el examen preliminar internacional, y que "cada estado contratante (...) puede plantear características adicionales o discrepantes para la decisión con respecto a la patentabilidad de la invención reivindicada" (véase también artículo 27(5)). Dichas características adicionales pueden ser, por ejemplo, excepciones de patentabilidad, exigencias de revelación de la invención, como también claridad y respaldo de las reivindicaciones.

Nombre y dirección de correo de la autoridad encargada de los exámenes internacionales Oficina Europea de Patentes, D-80298 Munich Tel. +49 89 2399 – 0 Fax: +49 89 2399 -4465	Funcionario Autorizado Howarth, María Teléfono No. +49 89 2399-5769
--	---

Formulario PCT/PEA/416 (enero 2004)

TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES
PCT
INFORME PRELIMINAR INTERNACIONAL SOBRE PATENTABILIDAD
(Capítulo II del Tratado sobre Cooperación en Materia de Patentes)

Referencia de archivo del solicitante o apoderado: L/2683/3-PCT	ACCIÓN ADICIONAL Véase formulario PCT/PEA/416
No. de solicitud internacional: PCT/EP2010/001179	Fecha de presentación internacional (día/mes/año): 25.02.2010
Fecha de prioridad (día/mes/año): 09.04.2009	
Clasificación de Patente Internacional (IPC) o clasificación nacional e IPC: INV. D21C3/20	
Solicitante: Zylum Beteiligungsgesellschaft mbH & Co.	

1. El presente informe es el informe de examen preliminar internacional emitido por la autoridad encargada del examen preliminar internacional, conforme al artículo 35 y que se envía al solicitante, en conformidad con el artículo 36. 2. El presente INFORME comprende un total de <u>5</u> páginas, incluida esta portada. 3. Además se adjuntan ANEXOS al informe, los cuales incluyen.	
a. ☒ (enviado al solicitante y a la oficina internacional) en total <u>1</u> página, que trata sobre ☒ páginas con la descripción, reivindicaciones y/o dibujos, que fueron modificados y sobre los cuales se basa este informe, y/o páginas con enmiendas, que la autoridad ha aprobado (véase regla 70, 16 y párrafo 607 de las disposiciones administrativas). ☐ páginas que reemplazan las páginas anteriores, pero que contienen un cambio según el parecer de las autoridades, en base a las razones indicadas en el bloque N° 1, punto 4 y en el bloque adicional, que excede el contenido revelado de la solicitud internacional en la versión original.	
b. ☐ (enviado solamente a la oficina internacional) en total (por favor indique tipo(s) y cantidad de soporte(s) de datos), que contiene(n) un protocolo de secuencia, sólo en formato electrónico, como se indica en el bloque adicional sobre secuencia de protocolo (véase, número 3 hasta Apéndice C de las disposiciones administrativas)...	

1. Este informe contiene información sobre los siguientes puntos	
☒ ☐ ☐ ☐ ☒ ☒ ☐ ☐	Bloque No. I Base del Informe Bloque No. II Prioridad Bloque No. III No se establece opinión con respecto a novedad, actividad inventiva y aplicabilidad industrial Bloque No. IV Falta de unidad de la invención Bloque No. V Declaración justificada conforme al artículo 35(2) con respecto a la novedad, la actividad inventiva y la aplicabilidad industrial; citas y explicaciones que apoyan tal declaración. Bloque No. VI Ciertos documentos citados Bloque No. VII Ciertos defectos en la solicitud internacional Bloque No. VIII Ciertas observaciones en la solicitud internacional

Fecha de presentación de la solicitud 09.02.2011	Fecha de elaboración del presente informe 26.05.2011
Nombre y dirección de correspondencia de la autoridad encargada de los exámenes internacionales Oficina Europea de Patentes, D-80298 Munich Tel. +49 89 2399 – 0 Fax: +49 89 2399 -4465	Funcionario Autorizado Beins, Ulrika Teléfono No. +49 89 2399-7150

Bloque No. I Base del informe

1. Con respecto a la **lengua**, esta opinión ha sido establecida sobre la base de:
- ☒ la solicitud internacional en el idioma en el que se presentó
 - ☐ una traducción del idioma original al siguiente idioma, el cual es el idioma de una traducción presentada con el siguiente propósito:
 - ☐ Pesquisas internacionales (conforme a las reglas 12.3 a) y 23.1 b))
 - ☐ Revelación de la solicitud internacional (conforme a regla 12.4 a))
 - ☐ Examen preliminar internacional (conforme a regla 55.2 a) y/o 55.3 a))
2. En vista de los **elementos*** de la solicitud internacional el informe se refiere a *(las páginas de reemplazo, que se presentaron al departamento de solicitudes por requerimiento del artículo 14, dentro del marco del presente informe se consideran "originalmente presentadas" y no se adjuntan a él)*:

Descripción, páginas

1-28 en la versión originalmente presentada

Reivindicaciones N°

2-16 en la versión originalmente presentada

1 presentada el 09-02-20011 vía telefax

Dibujos, hojas

1/1 en la versión presentada originalmente

- ☐ Un protocolo de secuencia (véase bloque adicional sobre protocolo de secuencia.
3. ☐ Debido a las modificaciones, se suprimieron los siguientes documentos:
- ☐ descripción: página
 - ☐ reivindicación: N°
 - ☐ dibujos: hojas/Fig.
 - ☐ protocolo de secuencia (*datos exactos*):
 - ☐ posibles tablas pertenecientes al protocolo de secuencia (*datos exactos*):
4. ☐ Este informe no considera (algunos de) los cambios adjuntados al presente informe y que se indican más adelante, dado que por las razones que se indican en el bloque adicional, según el parecer de la autoridad, exceden la versión presentada originalmente o, en conformidad con la información que se entrega en el bloque adicional, no se ha adjuntado ninguna carta en la que se entreguen los fundamentos para los cambios en la solicitud presentada originalmente (regla 70.2 c) y c.bis)).
- ☐ descripción: página
 - ☐ reivindicación: N°
 - ☐ dibujos: hojas/Fig.
 - ☐ protocolo de secuencia (*datos exactos*):
5. ☐ Esta opinión ha sido establecida tomando en cuenta la **rectificación de un error obvio** autorizado por o notificado a esta Autoridad en conformidad con la Regla 91 (Regla 70.2 e)).

Bloque No. V. Declaración razonada conforme a la Regla 35 (2) con relación a la novedad, actividad inventiva y aplicabilidad industrial; citas y explicaciones que respaldan dicha declaración

1. Declaración

Novedad (N)	Sí:	Reivindicaciones	<u>15, 16, 24, 25</u>
	No:	Reivindicaciones	<u>1-14, 17-23, 26</u>
Actividad Inventiva (PI)	Sí:	Reivindicaciones	
	No:	Reivindicaciones	<u>1-26</u>
Aplicabilidad Industrial (AI)	Sí:	Reivindicaciones	<u>1-26</u>
	No:	Reivindicaciones	

2. Citas y explicaciones:

véase hoja separada

6. ☐ Al redactar este informe se consideró(aron) el(los) informe(s) complementario(s) de investigación internacional de las siguientes autoridades (Regla 45 a 8 b) y c)).

1. Se hace referencia a los siguientes documentos:

- D1 WO 00/61858 A1 (RHODIA ACETOW GMBH [DE]; KARSTENS TIES [DE]),
19 de octubre de 2000 (19-10-2000)
- D2 WO 2004/061224 A1 (GMPV INETA AG [CH]; DOMEISEN URS [CH]),
22 de julio de 2004 (22-07-2004)
- D3 WO 02/29155 A1 (RHODIA ACETOW GMBH [DE]; KARSTENS TIES [DE]),
11 de abril de 2002 (11-04-2002)
- D4 US 4 597 830 A (APRIL GARY C [US] ET AL)
1 de julio de 1986 (01-07-1986), se menciona en la solicitud

2. No obstante los argumentos presentados por el solicitante en el telefax que enviara el día 09.02.2011, el examinador sostiene que el objeto de las reivindicaciones 1 y 26 no es nuevo en el sentido del artículo 33 (2) de PCT, por lo que no se cumple con las exigencias del artículo 33 (1) de PCT.

Con respecto a D1-D3 el solicitante argumenta que ninguno de los documentos revela de manera cabal y directa la relación entre la alcanolamina y el agua como se hace en la reivindicación 1.

El examinador no puede compartir este punto de vista, puesto que en la página 6, párrafo 3 de la descripción se señala que la relación reivindicada entre la alcanolamina y el agua "no sólo se refiere al contenido de agua de la mezcla de alcohol y agua, sino también a la parte de agua que aporta la biomasa más o menos húmeda al sistema de desintegración". Más adelante se revela que la biomasa debería contener un 10-30% de agua.

Si se examina la D1 en su página 8, líneas 4-6, allí se menciona un contenido de agua del 80% de masa, que claramente está por debajo del rango reivindicado. En el ejemplo 2 de la página 21 se da a conocer una relación de 40 grs de monoetanolamina:20 grs de agua, la que también es inferior al rango reivindicado. Por lo tanto, en D1 el objeto de la reivindicación 1 v en desmedro de la novedad.

Además, en lo que respecta a D2, el examinador sostiene que allí también se revela la relación reivindicada de alcanolamina y agua, dado que en la página 5, línea 14 se revela una humedad menor al 20% de masa, lo que también se indica en la solicitud. Además, en la página 6, líneas 16-22 de D2 se indica que la materia prima y el medio de deslignificación se emplean en una relación que fluctúa entre 10:90 y 90:10 y que el contenido total de humedad no es menor al contenido de agua de la materia prima. Por lo tanto, D2 también se considera perjudicial para el objeto de la reivindicación 1.

Formulario PCT/hoja adjunta/409 (hoja 1) (EPA-abril 2005)

En la página 3, línea 32 y en la página 4, línea 2 de D3 se revela un contenido de agua de 0,25-0,45 partes de peso y en la página 4, líneas 27, 28, una porción de 0,5-1,5 partes de peso de alcanolamina; es decir, en este caso también la relación de alcanolamina y agua es menor al rango reivindicado y, por lo tanto, la reivindicación 1 no es nueva, comparada con D3.

2.2 Con respecto a la reivindicación 26, D2 revela:

El uso del producto obtenido mediante el proceso conforme a al menos una de las reivindicaciones anteriores, mediante la recuperación de alcanolamina, en caso que corresponda, en especial, la recuperación de monoetanolamina, como materia prima de papel, energía y materia prima química o como fertilizante orgánico N de efecto prolongado (página 6, líneas 24-30).

3. Las reivindicaciones 2-25 que dependen de las anteriores aparentemente no contienen características adicionales que en combinación con las características de una reivindicación a las que están relacionadas, cumplan con las exigencias del PCT en lo que respecta a la novedad o la actividad inventiva. Las razones para ello son las siguientes:

Novedad:

D1 (dibujos 1, 2; página 1; página 4; página 5; páginas 7-10; páginas 12, 13; páginas 15, 16) ya revela el objeto de las reivindicaciones 1-14, 17-23.

D2 (páginas 3-7) ya revela el objeto de las reivindicaciones 1-5, 8-13.

D3 (página 1; páginas 3-7) ya revela el objeto de las reivindicaciones 1-14, 17-22.

Actividad inventiva:

El objeto de las reivindicaciones 2-25 también se deduce de la revisión de D1-D3 con D4 (reivindicaciones 1-11).

4. Al contrario de lo exigido en la regla 5.1 a) ii) de PCT, en la descripción no se indican ni el estado de la técnica correspondiente revelado en D1-D4 ni el mismo documento.

Reivindicaciones
(Copia en limpio)

1. Proceso para la obtención de celulosa por medio de la separación de lignina a partir de una biomasa que contiene lignocelulosa en forma de plantas o partes de plantas, donde la biomasa que contiene lignocelulosa en un medio alcalino, contiene la alcanolamina, la cual se desintegra en una caldera y donde se separa la lignina disuelta de la celulosa bruta contenida, caracterizado porque la biomasa que contiene la lignocelulosa no proviene de la madera y porque se desintegra a una temperatura de menos de 170°C en un medio de desintegración basado en alcanolamina y agua, en donde la relación de peso entre la alcanolamina y el agua oscila entre 80:20 y 20:80, y donde la celulosa bruta resultante se separa de acuerdo con los procesos habituales de licor de residuos para la separación de sólidos/líquidos.

Reivindicaciones
(Copia en limpio)

1. Proceso para la obtención de celulosa por medio de la separación de lignina a partir de una biomasa que contiene lignocelulosa en forma de plantas o partes de plantas, donde la biomasa que contiene lignocelulosa en un medio alcalino, contiene la alcanolamina, la cual se desintegra en una caldera y donde se separa la lignina disuelta de la celulosa bruta contenida, caracterizado porque la biomasa que contiene la lignocelulosa no proviene de la madera y porque se desintegra a una temperatura de menos de 170°C en un medio de desintegración basado en alcanolamina y agua, en donde la relación de peso entre la alcanolamina y el agua oscila entre 80:20 y 20:80, y donde la celulosa bruta resultante se separa de acuerdo con los procesos habituales de licor de residuos para la separación de sólidos/líquidos.
2. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 1, caracterizado porque la biomasa que contiene la lignocelulosa corresponde a plantas anuales.
3. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque se trata el cereal, en especial, la paja de trigo como biomasa que contiene lignocelulosa.
4. Proceso de acuerdo con una de las Reivindicaciones de la 1 a la 3, caracterizado porque se usa alcanolamina de cadena corta, en especial, una alcanolamina con 1 a 4 átomos de carbono como alcanolamina.
5. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 4, caracterizado porque se usa monoetanolamina, monopropanolamina y/o monobutanolamina, en especial, monoetanolamina, como alcanolamina.
6. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación de alcanolamina al agua se establece de 70:30 a 30:70, en especial, de 60:40 a 40:60.
7. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 6, caracterizado porque la relación de alcanolamina al agua se establece de 53:57 a 57:53.

8. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de desintegración se establece a menos de aproximadamente 165°C, en especial, a menos de 150°C.
9. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de desintegración se establece a más de alrededor de 120°C, en especial, sobre aproximadamente 140°C.
10. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 8 ó 9, caracterizado porque la temperatura de desintegración se establece de 140 a 160°C.
11. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la desintegración se realiza después de calor durante periodos de 15 a 16 minutos, en especial, de 1 a 3 h.
12. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 11, caracterizado porque la desintegración se lleva a cabo durante periodos de 2 a 3 horas.
13. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación de baño de la biomasa (sustancia seca) por desintegrar y el medio de desintegración de alcanolamina/agua se determina en alrededor de 8:1 a 2:1, en especial, a cerca de 5:1 a 3:1.
14. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la desintegración en la caldera se realiza en forma continua.
15. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la desintegración se lleva a cabo ante la presencia de un catalizador, en especial, en forma de una quinona.
16. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 15, caracterizado porque se selecciona antraquinona como catalizador.
17. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la celulosa bruta se separa del licor de residuos de la caldera por medio de separación sólida y líquida, en especial, de filtración, prensas o centrifugación y donde el filtrado del licor de residuos, si es necesario, después de la evaporación, obtiene una alcanolamina, la cual se reduce en la caldera.

18. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 17, caracterizado porque la celulosa bruta resultante se lava y donde la lejía del lavado contenida se fusiona con el licor de residuos del digestor.

19. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la celulosa bruta se separa del licor de residuos del digestor y dado el caso, se lava y se blanquea.

20. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 19, caracterizado porque el blanqueado en relación con la etapa de alcanolamina/oxígeno, se realiza con alcanolamina como fuente álcali para una posterior deslignificación, en donde la celulosa blanqueada de porciones líquidas adheridas, que aún contienen alcanolamina, se separa, en especial, se prensa o se filtra, a fin de dirigir la fase líquida enriquecida en alcanolamina, en especial, el filtrado, nuevamente hacia la caldera.

21. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una evaporación, que dado el caso, se realiza en los diferentes pasos del proceso, se produce con poca carga térmica, especialmente en un evaporador de capa fina, un evaporador de película o un evaporador tubular.

22. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la deslignificación se realiza varias veces en una caldera.

23. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones de la 19 a la 22, caracterizado porque el filtrado, que se ha obtenido por la acción de blanqueado, se utiliza como solución de lavado para el lavado de la celulosa bruta sin blanquear.

24. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la celulosa bruta o que es obtenida después del blanqueado con la etapa de alcanolamina y oxígeno, se somete a otro blanqueado en secuencias habituales de ECF y TCF.

25. Proceso de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones de la 19 a la 24, caracterizado porque el blanqueado, en especial, el blanqueado subsiguiente de la celulosa se realiza por medio de la acción de peróxido de oxígeno/hidrógeno, peróxido de hidrógeno en presencia de NaOH, O₃, ClO₂ y/o ácido de formamidinsulfínico (FAS).

26. El uso del producto obtenido según el procedimiento de acuerdo con al menos una de las Reivindicaciones anteriores, dado el caso, después de la recuperación de la alcanolamina, en especial, la recuperación de la monoetanolamina, como materia de papel, energía y materias primas químicas, o bien, como fertilizante orgánico con contenido de N.

PATENT COOPERATION TREATY

From the RECEIVING OFFICE

To: The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211, Geneva 20 Switzerland	PCT REQUEST FOR THE RECORDING OF A CHANGE (PCT Rule 92bis.1)
Date of mailing (day/month/year) October 6, 2011	
International application No. PCT/EP2010/001179	International filing date (day/month/year) February 25, 2010

1. The following indications appear on record concerning:			
☐ the applicant	☒ the inventor	☐ the agent	☐ the common representative
Name and address PATT, Rudolf Buchalle 14a 21465 Reinbek Deutschland		State of Nationality* DE	State of Residence* DE
		Telephone No.	
		Facsimile No.	
		E-mail address	
2. This receiving Office hereby requests the International Bureau to record the following change in:			
☐ the person	☒ the name	☒ the address	☐ the nationality*
☐ the residence*			
Name and address PATT, Rudolf Buchallee 14a 21465 Reinbek		State of Nationality* DE	State of Residence* DE
		Telephone No.	
		Facsimile No.	
		E-mail address	
		☐ Notifications by e-mail authorized	
3. Further observations, if necessary:			
* To be indicated only for a change concerning the applicant.			

Name and mailing address of the receiving Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

Form PCT/RO/113 (July 2008)

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -

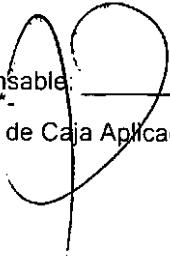
 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA	No. 11 - 107569
		Bogotá D.C., Noviembre 02 de 2011 - 14:43:51

RECIBIDO DE : GOMEZ PINZON ASEMARCAS S.A. NI 830.121.797

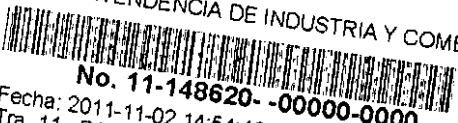
*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	192556954	01/11/2011	11.945.000.00

*** Conceptos Pagados ***			
CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO Vr. CONCEPTO
1 50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD INDUSTRIAL	99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	432.000.00 432.000.00
			\$432.000.00

SON: **CUATROCIENTOS TREINTA Y DOS MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: 

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 11-148620-00000-0000
Fecha: 2011-11-02 14:54:16 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTE IYII Eve: 379 FASENACIONALII
Act. 411 PRESENTACION Folios: 51

30

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -

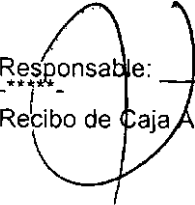
 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA	No. 11 - 107575
		Bogotá D.C., Noviembre 02 de 2011 - 14:43:51

RECIBIDO DE : GOMEZ PINZON ASEMARCAS S.A. NI 830.121.797

*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	192556954	01/11/2011	11.945.000.00

*** Conceptos Pagados ***			
CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNIDITARIO Vr. CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	571.000.00 571.000.00
			\$571.000.00

SON: **QUINIENTOS SETENTA Y UN MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: 
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 11-148620-00000-0000
Fecha: 2011-11-02 14:54:16 Dep. 2020 DIR. NUEVAS CR
Tra. 11 PATENTE IYII Eve: 379 FASE NACIONAL II
Act. 411 PRESENTACION Folios: 51

51



No. 11-148620- -00000-0000

Fecha: 2011-11-02 14:54:16
Tra. 11 PATENTEIYII
Act. 411 PRESENTACION

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Eve: 379 FASENACIONALII
Folios: 51

PATENTE DE INVENCION ☐

MODELO DE UTILIDAD ☐

Art 33 Decisión 486/00

☐	Indicación que se solicita una patente.
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Descripción de la invención
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
Completa ☐	Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒

MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☒	Indicación que se solicita una PCT
☒	Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☒	Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
Completa ☒	Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita Diseño industrial
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita un esquema de trazado
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica de un esquema de trazado
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐