

1 46925

Memoria Descriptiva
de la
Patente de Invención

que por 20 años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de D. MARIO GIORDANI y D. PIETRO LEONE, ambos de nacionalidad italiana, respectivamente domiciliados en Piazza Mazzini, 27, ROMA (Italia) y Via Giardini, 2, PALERMO (Italia), por : "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDIMIENTO DE SACARIFICACION DE CELULOSA PARA OBTENER DE MATERIAS LEÑOSAS SOLUCIONES DE AZUCAR APTAS PARA LA FABRICACION DE ALCOHOL INDUSTRIAL." - - - - -

Memoria descriptiva

Es sabido que se puede obtener por hidrólisis, de la celulosa y de toda materia leñosa, soluciones de azúcar susceptibles de varias clases de fermentaciones.

Los procedimientos propuestos hasta la fecha y aplicados para este fin pueden dividirse netamente en dos clases, una de las cuales emplea, a elevadas presiones y temperaturas, soluciones diluidas de ácidos minerales (co-rrrientemente ácido sulfúrico, sulfuroso, clorhídrico y similares), fundándose la otra en el empleo de ácido clor-



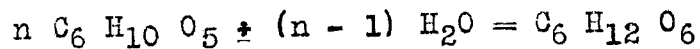
10

hídrico superconcentrado o ácido sulfúrico concentrado.

15

Los dos procedimientos mencionados han sido empleados, en diferentes condiciones de realización, para diferentes aplicaciones que, sin embargo, no están exentas de dificultades e inconvenientes que se traducen en bajo rendimiento y elevado coste de realización.

En efecto, es fácil calcular, con la fórmula siguiente, :



20

que de 100 partes de celulosa libre, o de celulosa contenida en el material leñoso empleado, pueden obtenerse 111 partes de azúcares fermentables, y también se sabe que el grado de rendimiento obtenido con varios procedimientos tanto en el laboratorio como, y más particularmente, en instalaciones industriales difiere grandemente del resultado mencionado, Esto sin tener en cuenta la cantidad adicional de material fermentable de azúcar debido a las pentosas.

25

30

En los procedimientos que emplean ácidos diluidos a elevadas presiones y temperaturas, una discreta cantidad del azúcar producido por sacarificación es materialmente destruido por la elevada temperatura, o en todo caso hecho inservible por la simultánea formación de productos tóxicos para los fermentos, como fenoles, furfurool y similares.

35



40

En el empleo de ácidos diluidos ha sido introducida una mejora por el procedimiento Scholler-Thornesch, según el cual el material celulósico es dispuesto dentro de un autoclave adecuado (filtro) atravesado, a la temperatura de aproximadamente 180° C., por una solución circulante de ácido.

Las ventajas de este procedimiento, que permite sus-
traer continuamente a la acción de la temperatura elevada
los productos de la sacarificación, son substanciales. El
rendimiento del procedimiento Scholler alcanza normalmen-
te de 20 a 24 litros de alcohol (cuando la solución ob-
tenida es sometida a fermentación alcohólica) por cada
100 kilos de material leñoso seco. Sin embargo, este ren-
dimiento es mucho más bajo que el teórico, que debería
ser en media de más de 35 litros de alcohol ; además, es-
te procedimiento no está exento de dificultades referen-
tes a los medios para crear las presiones y temperaturas
requeridas y produce soluciones fermentables demasiado di-
luídas que exigen una gran cantidad de combustible para
la destilación del alcohol y una vasta instalación para
la fase de fermentación.

Los procedimientos basados en el uso de ácidos con-
centrados, aún cuando permiten rendimientos superiores,
no han sido ampliamente aplicados por los costosos metales
especiales necesarios en la instalación y también por las
dificultades económicas y técnicas que implica estos pro-
cedimientos.

Cuando se usa ácido clorhídrico concentrado, ha si-
do comprobado que la concentración mínima necesaria para
alcanzar un elevado grado de sacarificación es de 40 a
42 % de ácido clorhídrico, porque el ácido clorhídrico de
concentración normal ha resultado de actividad escasa o
nula. Este procedimiento ha sido realizado por Bergius en
una instalación, que aún trabaja, en la cual el rendimien-
to es, según se dice, por cada 100 kilos de material le-
ñoso seco, de 60 kilos de azúcar, dos terceras partes
de los cuales pueden transformarse en alcohol.



75

Sin embargo, la instalación para la realización del procedimiento de Bergius es costosa y requiere amplios y difíciles medios de operación (requiriendo el uso de ácido clorhídrico así concentrado recipientes cerrados y elevadas presiones) siendo pues difícil la recuperación del ácido, mientras que por otra parte se sufre una pérdida considerable debida a la parte de ácido clorhídrico que no recuperada así como al elevado coste del procedimiento debido a las dificultades de funcionamiento de la instalación y al rápido deterioro de la misma.

80

85

Los procedimientos propuestos para cuando se usa ácido sulfúrico concentrado se basan en un ácido concentrado a aproximadamente el 72 %, habiendo demostrado la experiencia que concentraciones superiores destruyen la celulosa carbonizándola mientras que concentraciones inferiores al 72 % dan bajos rendimientos. De todos modos, el uso de ácido sulfúrico concentrado no ha sido intentado en la práctica actual por el gran consumo de este ácido y por las dificultades halladas en su recuperación a pesar del gran número de patentes concedidas en este campo.

90

95

Según la presente invención se usa ácido sulfúrico por ser indudablemente este ácido el más fácil de obtener en grandes cantidades para este fin, porque las instalaciones que lo producen están repartidas en muchos lugares, y por su más fácil tratamiento en instalaciones menos costosas.



100

El procedimiento según la presente invención se basa en la comprobación de las mejores condiciones para satisfacer con el fin de reducir a un minimum el consumo del ácido, sacando partido de su gran poder de producción de

de azúcar tanto en frío como en caliente, así de conseguir, con gastos moderados y con una instalación sencilla y de fácil funcionamiento, los mayores rendimientos de azúcar en las mejores condiciones de fermentabilidad.

105

Las condiciones necesarias para la aplicación del procedimiento según la presente invención son las siguientes :

110

1) . Separación en dos fases para liberar los polisacaratos, consistente en separar del material leñoso los azúcares, la semicelulosa y en general todos los componentes (incluidos los nocivos) que pueden fácilmente y rápidamente ser hidratados y separados por calor a presión y temperatura medianas, y en tratar luego el residuo con ácido frío concentrado.

115

2) . Mezcla del residuo obtenido según 1) , o el material celulósico original, con ácido sulfúrico de concentración superior al 72 %, en condiciones convenientes, con el fin de impedir la destrucción de la celulosa.

120

3) . Tratamiento mecánico para obtener, con una íntima mezcla de los residuos (obtenidos en 1) , una sacarificación completa con un consumo mínimo de ácido.

125

Ejemplo I. Se someten durante media hora a una primera sacarificación con 400-600 litros de ácido sulfúrico diluido (0.5 a 5 %), a una temperatura de 135° C., 100 kilos de polvo seco de madera, serrín de madera, paja y similares. La solución filtrada, después de eliminar de ella el furfural los fenoles y los otros aceites etéricos mediante destilación en contracorriente de vapor, es sometida a fermentación. El residuo es mezclado, en aparatos mecánicos convenientes, con 60-100 kilos de ácido sulfúrico, de densidad 1,84, impidiéndose el recalentamiento de la masa sea operando lentamente sea con una conveniente refrigeración. Diluyendo con agua se obtiene, de toda la cantidad de ce-



130

135 lulosa contenida en el material inicial, un buen rendimiento de azúcar fermentable.

140 Ejemplo II. Se tratan con 130 kilos de ácido sulfúrico de concentración superior al 70 % 100 kilos de material celulósico seco (de 2 a 10 % de humedad), impidiéndose el recalentamiento de la masa sea operando lentamente sea, eventualmente, mediante refrigeración. Diluyendo a un 10-20 % se obtiene una solución de azúcar libre de furfurol apta para la fermentación.

145 Las soluciones de ácido para lavar la lignina pueden usarse, cuando se lava convenientemente, en la primera fase de tratamiento por el calor con ácido diluido.

La operación arriba mencionada resulta más conveniente cuando sea posible recuperar fácilmente por lo menos una parte del ácido usado.

150 Esta recuperación es posible, según la presente invención, porque el ácido sulfúrico es contenido en el residuo de la sacarificación en forma de yeso mezclado con lignina y esta mezcla, sometida a calcinación a elevada temperatura, se decompone produciendo anhídrido sulfuroso que puede ser empleado para recuperar ácido sulfúrico y cal, siendo útiles ambas estas substancias en las fases sucesivas del procedimiento mientras que la lignina forma, por sí, el combustible para las operaciones necesarias al cual pueden, eventualmente, añadirse otras pequeñas cantidades de residuos o de carbón.

160



Quando se quiera pueden añadirse pequeñas cantidades de arcilla a la masa que contiene lignina y yeso para bajar la temperatura de la reacción y sustituir la cal con escoria de cemento.

165

Ejemplo : Cuando la sacarificación ha sido completada se añade cal en forma de lechada de cal de una concentración

170 de 20 % y se somete el conjunto a hidrólisis calentándolo a 100° C. con o sin el total de la lignina y del yeso formados. Cuando la hidrólisis está completada se neutraliza y filtra la masa. El residuo consistente en yeso y lignina, al cual se añade un 3 % de arcilla, es calentado en un horno a 1300° C. para recobrar el anhídrido sulfuroso y la cal que son ambos devueltos al ciclo.

175 La operación puede ser realizada en un horno vertical de campana o en un horno rotativo.

REIVINDICACIONES

Se reivindican :

- 180 1). La propiedad y explotación exclusivas de un procedimiento para sacarificar celulosa libre o celulosa contenida en materiales vegetales leñosos o no, y similares, consistente en mezclar gradualmente dichos materiales con ácido sulfúrico de concentración superior a 70 %, impidiendo el recalentamiento de la masa sea realizando lentamente la operación o eventualmente mediante enfriamiento, y en diluir luego con agua y calentar.
- 185 2). Un procedimiento según la reivindicación 1) caracterizado por usarse como material leñoso el residuo de un tratamiento a elevada temperatura (135-150° C.) con ácido sulfúrico diluido.
- 190 3). Un procedimiento según la reivindicación 2) caracterizado por usarse, en la operación a elevada temperatura, soluciones ácidas procedentes de las operaciones a baja temperatura, de modo que la entera operación de sacarificación es realizada en dos fases una de las cuales se efectúa en caliente y la otra en frío.
- 195 4). Un procedimiento según las anteriores reivindicaciones



1), 2) y 3) caracterizado por eliminarse, de todas las soluciones de azúcar obtenidas, mediante destilación en contracorriente de vapor, todas las sustancias que ejercen acción tóxica sobre los fermentos.

200

5). Un procedimiento según las reivindicaciones 1) a 4), caracterizado por el hecho de calcinarse a elevada temperatura la mezcla de yeso y lignina obtenida como residuo de dicho procedimiento, recobrándose así el anhídrido sulfuroso que sirve para recuperar el ácido y la cal necesarios para la realización del procedimiento.

205

6). Un procedimiento según las reivindicaciones 1) - 5), caracterizado por calcinarse la mezcla con adición de arcilla en proporciones tales de producir escoria de cemento.

210

7). Un procedimiento según las reivindicaciones 1)-6), caracterizado por el hecho de retirar parcial o completamente antes de la calcinación la lignina contenida en la mezcla y sustituirse con otro material combustible.



215

8). Un procedimiento según las anteriores reivindicaciones caracterizado por constituir esencialmente :

" MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDIMIENTO DE SACARIFICACION DE CELULOSA PARA OBTENER DE MATERIAS LENOSAS SOLUCIONES DE AZUCAR APTAS PARA LA FABRICACION DE ALCOHOL INDUSTRIAL." - - - - -

Consta la presente Memoria descriptiva de ocho hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

Sevilla, 25 de Marzo de 1939 III A.T.

CELULOSA Y AZUCAR

edre