

P. 1.060 :

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



152204

20 MAR. 1941

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ARTIEBOLAGET DEFIBRATOR, entidad sueca, establecida en Kungsgatan 32, Estocolmo, SUECIA, por

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION

"DE MATERIAL FIBROSO".

=====
La presente invención concierne un material fibroso y un procedimiento para obtener dicho material de materiales fibrosos que contienen lignocelulosa. El



152204

5 procedimiento se caracteriza por un tratamiento mecánico de desfibración que se realiza a temperaturas de más de 100° C. y bajo presión de vapor, favoreciéndose químicamente el tratamiento mediante acidificación de las primeras materias. antes de la desfibración mecánica.

10 La invención tiene por fin la creación de un método adecuado para la fabricación de clases baratas de materiales, especialmente con paja de cereales, como trigo, centeno, cebada, arroz, gramíneas, bagazo, paja, de lino, bambú y similares.

15 En la fabricación de sustancias mecánicas con diferentes materiales que contienen lignocelulosa se empleó con bastante frecuencia un procedimiento continuo para la desfibración mecánica a temperaturas elevadas y bajo presión de vapor. Según este método el material fibroso es desfibrado mecánicamente en un sistema cerrado, y bajo presión de vapor después de ser calentado a una temperatura de más de 100° C.

20 También se ha propuesto fabricar materias químicas y semiquímicas disgregando materiales que contengan lignocelulosa por uno de los procedimientos corrientes de cocción, por ejemplo por el procedimiento alcalino del sulfato o por el procedimiento ácido del sulfato, pudiéndose combinar este tratamiento químico con la desfibración mecánica a elevadas temperaturas.



152204

5 En la fabricación de pasta de papel con paja y plantas análogas se emplean corrientemente lejías de cocción alcalina, por ejemplo, lejía alcalinada de cal. Así, por ejemplo, se han empleado los procedimientos del sulfato y de la sosa tales como se emplean en la fabricación de celulosa con madera y para la producción de materias de calidad superior con paja. El método del sulfito fue también ensayado, aun cuando en menor medida. Sin embargo, la pasta de paja es generalmente fabricada mediante cocción con lejía de cal sodada o de cal solamente, obteniéndose una materia relativamente basta que previas ulterior refinación puede emplearse para cartón de paja y cartón ondulado.

15 También se conoce el procedimiento de fabricar la pasta de paja mediante la desfibración mecánica a elevada temperatura anteriormente mencionada sin adición de sustancias químicas. El material fibroso así obtenido es más resistente y barato que el material obtenido por el procedimiento según la invención, no pudiendo ser elaborado sin más, mediante ulterior refinación en pasta de papel y cartón de calidad superior.

25 El método de la presente invención se basa en la comprobación de que la desfibración mecánica a temperaturas superiores a 100° C., y preferiblemente de 130-190° C. es facilitada en gran medida por la presencia de pequeñas cantidades de ciertas soluciones

2011



1941

152204

que, en las condiciones de temperatura predominantes, producen una reacción ácida. Dichas soluciones, que a continuación son llamadas ácidos, pueden componerse de soluciones de ácidos minerales, como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o ácido nítrico, ciertos ácidos orgánicos, como ácido acético, o sales, por ejemplo bisulfato sódico, bisulfito sódico y sulfato de aluminio.

Con la adición de estas soluciones que actúan como ácidos no se quiere provocar una disgregación más o menos completa de la materia prima como en los métodos corrientes de tratamiento químico, con los cuales se tiende a obtener una disgregación de los elementos del material vegetal que contiene lignina, para de este modo provocar, o por lo menos facilitar, la separación de las fibras del material. Hasta aquí se admitió generalmente que en la fabricación de material fibroso con materiales que contenían lignocelulosa había que emplear agentes químicos que disgregarán los elementos de lignina del material. Con el método según la presente invención no se emplean agentes químicos que surtan este efecto, sino agentes que tienden más bien a actuar en primer lugar sobre los elementos hemicelulósicos del material. Ahora bien, se ha hecho la sorprendente comprobación de que dichas materias facilitan muy considerablemente a elevadas temperaturas la elaboración mecánica de materiales fibrosos, especialmente de la paja y similares, y en me-



152204

5 dida considerable la de materias vegetales no lignificadas, y también de la madera de coníferas y de árboles de fronda. El hecho de ser relativamente pequeña la cantidad necesaria de sustancias químicas puede posiblemente explicarse con que la acción hidrolizante que se acaba de mencionar se limita a las sustancias corticales que actúan de cohesivo entre las fibras y dentro de ellas, representando sólo una parte mínima del volumen total de la madera.

10 Se ha comprobado que el rendimiento de materia prima fibrosa con el método según la presente invención es muy similar al que se consigue con desfibraciones realizadas sólo a elevada temperatura y sin tratamiento químico, verificándose cierta disminución de peso debida a la desintegración de elementos solubles en agua. Por lo tanto, no se ha podido comprobar con seguridad si el tratamiento químico según la invención ha ejercido una acción disgregante sobre el material vegetal.

20 Se puede por lo tanto admitir posiblemente que la acción del ácido sobre las sustancias corticales del material fibroso a las concentraciones y con las limitadas cantidades de ácido empleadas en el presente procedimiento no es del mismo tipo hidrolizante que si se emplean ácidos de gran concentración, siendo hidrolizados la hemicelulosa y los elementos celulosicos del material vegetal en azúcares solubles.

2011



152204

De no ser así se puede suponer que el ácido ejerza una acción peptizante sobre las sustancias coloidales presentes en el material vegetal, que son absorbidas de la sabia del esqueleto fibroso de celulosa que se forma primeramente durante el crecimiento de las células, cuando este esqueleto se lignifica. Como también se ha comprobado que el tratamiento con ácido según el presente método ejerce una mas intensa acción en la desfibración de partes mas jóvenes de plantas, no tan lignificadas, la mencionada suposición parece confirmada por ello. Sin embargo la invención no está ligada de modo alguno a esta explicación.

La acción química de los tratamientos combinados con ácido y elevada temperatura según la presente invención está esencialmente caracterizada por un débil efecto hidrolizante sobre los elementos emicelulósicos o especialmente sobre las pentosanas de las materias primas.

El procedimiento según la invención puede ventajosamente realizarse en un dispositivo corriente de desfibración a elevada temperatura para funcionamiento ininterrumpido según, por ejemplo, la patente americana nº 2.145.851, provisto de un dispositivo de alimentación continua, de un precalentador, de un depurador de discos y de un dispositivo de descarga. El dispositivo de alimentación puede consistir en un mecanismo de émbolo



152204

o de tornillo transportador que oprima la materia
prima sólida, cortada en pequeños trozos, en un
tapón impermeable al vapor en un tubo relativa-
mente estrecho en el precalentador del aparato
5 de desfibración que se encuentra corrientemente
bajo una presión de vapor de 7-10 kg/cm². Cuan-
do el líquido de tratamiento es alimentado hacia
el material, es convenientemente repartido por
la elevada presión que reina en el tapón de mate-
10 rial dispuesto en el dispositivo de alimentación.

La cantidad de solución añadida no es
mayor que la que puede ser absorbida por comple-
to por la materia prima; ésta no aparece mas mo-
jada despues del tratamiento que si se sumergen
15 en agua, o rocían con ella, astillas o trocitos
corrientes de madera, dejándose luego colar el
exceso de líquido del material.

Empleando el dispositivo de alimenta-
ción de émbolo o de tornillo anteriormente descri-
20 to se exprime el eventual exceso de solución áci-
da de la materia prima. Este líquido tiene que
ser recogido y vuelto a emplear para humedecer otra
nueva materia prima.

El material se encuentra pues, cuando
25 es introducido en el sistema cerrado de desfibra-
ción, en un estado esencialmente seco.

Cuando el material ha atravesado el tu-
bo en que se forma el tapón, se dilata, una vez
que cesa la presión mecánica. El vapor entra

20/1/33



152204

en los poros del material fibroso que se dilata, consiguiéndose así un rápido calentamiento del material y del líquido de tratamiento.

5 El producto y el líquido de tratamiento químico que el mismo ha absorbido son conducidos luego a un depurador de discos montado en el sistema cerrado de desfibración, donde tiene lugar la desfibración mecánica después de alcanzar esencialmente el material la temperatura del vapor que lo rodea.

10 El material acabado es luego extraído y eventualmente sometido a un tratamiento ulterior, como de lavado, molido, selección y similares, antes de recibir forma de placas, papel y similares.

15 Aun cuando se consiguen muy buenos resultados realizando el método según la invención en una instalación de desfibración del tipo anteriormente descrito pueden emplearse también otros dispositivos. Así por ejemplo el depurador de discos puede ser sustituido por un dispositivo de desfibración de tipo centrífugo y similares.

20 La solución química, por ejemplo ácido sulfúrico diluido, puede ser alimentada al material fibroso de distinta manera. Así, el material puede ser empapado previamente de la solución química o bien esta última puede ser rociada sobre el material fibroso en forma de ducha.



152204

5 fina antes de introducir el mismo en el dispositi-
vo de desfibración, o se puede bombear la solu-
ción en el dispositivo de desfibración, empapán-
dose así el material despues de haber sido intro-
ducido en el dispositivo de desfibración. La
concentración de la solución tiene que ser calcu-
lada de acuerdo con el método que se elige para su
adición al material fibroso, siendo esencial el que
la solución sea repartida con la mayor uniformidad
10 posible sobre el material fibroso.

 Cuando se emplea ácido mineral son solo
necesarias cantidades mínimas en comparación con
la cantidad tratada de material vegetal. Para
producir un material de paja fácil de moler se ne-
cesita así por ejemplo 0,5-1 por ciento en peso
15 de ácido sulfúrico concentrado, referido a la can-
tidad de paja supuesta seca, aun cuando se consi-
gue ya una acción sensible con un 0,2 % de ácido.
Con una adición de ácido de 1-3 % es posible fa-
bricar un material el cual sin molido ulterior,
20 o solo con un ligero molido, puede ser empleado
para la fabricación de papel o de cartón. Desde
el punto de vista técnico del funcionamiento es
conveniente añadir el ácido diluido a la paja
25 inmediatamente delante del dispositivo de alimen-
tación del desfibrador. El grado de dilución
tiene que ser calculado de forma que el conteni-
do natural de humedad del material para tratar, el



152204

vapor condensado y similares y la cantidad de solución añadida no sea inferior a 250 l. por tonelada de material supuesto seco ni superior a 200 l. por tonelada de material supuesto seco cuando el material es sometido al tratamiento mecánico. La cantidad mas adecuada de contenido total de humedad se encuentra entre 500 y 1500 l. Variando la cantidad de ácido añadido por unidad del producto fibroso se puede sin embargo variar dentro de amplios límites el grado deseado de ablandamiento y de fibrilación y la facilidad de molido con ellos relacionado.

El cuadro inferior representa como varía la untosidad del material obtenido con diferentes adiciones de ácido y mas precisamente en la defibración de paja de trigo a una presión de vapor manométrica de 8 kg/cm²:

	Acido sulfúrico	0	% untosidad	23,1	seg.
	"	0,2	" "	32,0	"
20	"	0,5	" "	41,0	"
	"	1,0	" "	65,5	"
	"	1,5	" "	110,0	"
	"	2,0	" "	174,0	"
	"	2,5	" "	291,0	"
25	"	3,0	" "	435,0	"
	"	4,0	" "	5400,0	"

Estos resultados se obtienen con un contenido de humedad de 1420 kg. de agua por 1000 kg.

20



152204

de material de paja supuesto seco. La untuosidad
fué determinada midiendo la duración del desagüe de
10 l. de una suspensión de material al 1,3 % sobre
un tamiz de 20 cm. de diámetro a una presión manomé-
trica de 100 cm. de agua.

5

Por lo tanto, si la mezcla de materia pri-
ma y solución de ácido posee un valor de pH de 2-3,5,
se obtiene un material que puede ser empleado sin
más, o solo con un ligero molido ulterior en una
calandria para la fabricación de placas porosas de
fibra que tienen que ser secadas en un secador de
rodillos. Pero, cuando se realiza desfibración de
paja a elevada temperatura sin empleo de ácido, el
material tiene que ser molido ulteriormente con mu-
cha intensidad para que las fibras lleguen a ser
suficientemente afeltrables de modo que puedan ser
empleadas para la fabricación de dichas placas poro-
sas de fibras.

10

15

20

25

Si en el tratamiento de paja se añade por
ejemplo tanto ácido que se alcance un valor de
pH de 1-2, se obtiene un material tan blando que
puede hasta ser empleado sin molido ulterior para
la fabricación de papel y cartón. Con valores de
pH inferiores a 1, la desfibración tiene que ser
concluida dentro de un tiempo muy limitado ya que
de otro modo no se obtiene corrientemente material
fibroso utilizable. En este caso existe el peli-
gro de que el material obtenido sea roto por la

2011



152204

desfibración y reciba una consistencia tal que no pueda ser utilizado como material para la fabricación de papel.

5 El contenido de humedad del material en la elaboración mecánica puede oscilar, naturalmente, dentro de límites muy amplios. De trabajarse con un contenido de humedad demasiado bajo resulta difícil distribuir de manera satisfactoria la solución en el material. Además, la elaboración mecánica requiere cierto mínimum de humedad porque - cuando la energía mecánica de elaboración es transformada en calor - una parte de la humedad se evapora, con lo cual se puede evitar un perjudicial aumento de temperatura en la zona de la desfibración mecánica. El contenido de humedad no tiene por lo tanto que ser inferior a 250 l. por 1000 kg. de material fibroso supuesto seco.

15 El contenido de humedad tiene por otra parte que ser limitado porque - cuando hay demasiada agua - la solución será diluida demasiado, lo cual debilita la acción de la solución sobre la materia prima. Para la regulación del contenido de humedad del material hay que tener en cuenta el agua que durante el calentamiento del material y de la humedad primitiva se condensa con vapor en el desfibrador. Por lo tanto, la humedad, incluida la humedad propia del material fibroso, la solución añadida y el agua además de la humedad con-

20/11/19



152204

densada no tiene que superar en el desfibrador 7-10 kg. por kilo de material fibroso supuesto seco.

5 Como la acción química depende de una determinada cantidad de productos químicos por unidad de peso de producto fibroso, dicha acción será más débil si se diluye la solución. La dilución tiene por lo tanto que regularse de modo que el tratamiento sea realizado con un valor de pH de la solución de 2-3,5 y en todo caso dentro de los límites 1-4. Cuando el valor de pH se encuentra a mas de 4-5 no se consigue la acción deseada. El grado de acidez varía durante el tratamiento tanto que una vez realizado el tratamiento se puede comprobar una elevación del vapor pH

10 El grado de acidez varía durante el tratamiento tanto que una vez realizado el tratamiento se puede comprobar una elevación del vapor pH

15 Como el método según la invención se realiza a temperaturas superiores a 100° C. es evidente que de estar presentes mayores cantidades de agua el consumo de calor será mayor, por lo cual la cantidad de agua tiene que ser limitada también teniendo en cuenta lo expuesto. Además, cuando hay demasiada agua resulta entorpecida la acción de la elaboración mecánica.

20 Como el método según la invención se realiza a temperaturas superiores a 100° C. es evidente que de estar presentes mayores cantidades de agua el consumo de calor será mayor, por lo cual la cantidad de agua tiene que ser limitada también teniendo en cuenta lo expuesto. Además, cuando hay demasiada agua resulta entorpecida la acción de la elaboración mecánica.

25 Si se impregna el material con la solución ácida 10-20 horas antes del tratamiento mecánico, se consigue prácticamente el mismo resultado que realizando la impregnación solo poco antes de la introducción del material en el precalentador del desfibrador, y mas precisamente con la condición previa de que la impregnación sea



152204

uniforme. La acción del ácido sobre el material depende por una parte de la temperatura y por otra del tiempo que dura el calentamiento del material. Por lo tanto la acción química favorecedora de la desfibración mecánica empieza a manifestarse solo cuando el material empapado de solución es calentado en el desfibrador. Durante el tratamiento se consume una limitada cantidad de ácido. Solo cuando se añade tanto ácido que el mismo sea totalmente consumido por el material se puede prolongar sin inconveniente el tratamiento de algunos minutos, aun cuando también en este caso habría que tener en cuenta la desintegrante influencia que la elevada temperatura ejerce sobre el material fibroso.

Si por el contrario hay un exceso de ácido, entonces tiene que limitarse la duración del tratamiento porque en este caso existe peligro de una excesiva desintegración del material fibroso.

La duración del tratamiento en el desfibrador y el grado de acidez del material fibroso tienen por lo tanto que ser ajustados con exactitud recíprocamente. Por lo tanto, la acción puede ser regulada dentro de ciertos límites variando la duración del tratamiento, es decir el tiempo durante el cual el material se encuentra expuesto a la acción de las elevadas temperaturas.



20/11/77

152204

Para los casos normales basta una duración de tratamiento desde 20 segundos hasta 2 minutos. La misma no tiene que ser prolongada por mas de 2-3 minutos, especialmente cuando el tratamiento es realizado con fuertes ácidos, como el ácido sulfúrico, el ácido clorhídrico o ácido nítrico. Cuando el procedimiento según la invención se realiza con una limitada cantidad de ácidos débiles o soluciones de sales ácidas, el tratamiento puede prolongarse hasta 10 minutos.

Según el procedimiento de la invención puede emplearse también ácido sulfuroso. Por lo tanto la paja puede ser empapada de una solución que contenga SO_2 . Cuando el material empapado es introducido en el ambiente de vapor caliente del sistema cerrado de desfibración, se evapora gas de SO_2 y hace que la presión total supere la presión del vapor que corresponde a la del vapor saturado. Esto es lo que hay que vigilar cuando la temperatura del dispositivo de desfibración se regulada mediante la presión manométrica.

La invención comprende también el material fibroso fabricado con el procedimiento descrito.

El material fibroso fabricado con el procedimiento de la invención se caracteriza por buenas características de molido que lo hacen adecuado para muchos fines de fabricación de papel,

20 MAR 1947



152204

5 aun cuando hayan quedado los elementos de lignina de la materia prima. En este sentido se distingue del material que se fabricaba por los corrientes métodos químicos o semiquímicos, con los cuales se tendía esencialmente a separar los elementos de lignina y a conservar la celulosa del material inicial. El material fabricado según la invención no es por lo tanto adecuado para el blanqueo por métodos conocidos.

10 Los gastos de fabricación del material según la invención son bajos comparados, por ejemplo, hasta con los de pastas de paja de inferior calidad. Gracias a ello es posible emplear el material en aquellos casos en los que la economía reviste la mayor importancia, por ejemplo para ciertas clases de cartón, de cartón ondulado y similares.

15 Si se elabora con el método de la invención paja acidificada con ácido sulfúrico, se obtiene un material mas uniforme que cuando se emplean los métodos alcalinos corrientes de fabricación. Así por ejemplo no existen los grumos que corrientemente se encuentran en la pasta de paja corriente, lo cual simplifica la operación de tamizado. El color del material y de los productos con él fabricados es agradable. Por lo tanto la comparación entre el nuevo material y otras clases de materiales fabricados de la antigua manera



152204

resulta favorable también en este sentido.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Suiza el 21 de marzo de 1940, bajo el número 1173/40, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

-O- N O T A -O-

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1º - Un procedimiento para la fabricación de material fibroso con materias primas que contienen lignocelulosa, por ejemplo paja de las clases corrientes de trigo, diferentes clases de hierbas, vagazo, paja de lino y similares, mediante desfibración mecánica en un sistema cerrado a temperaturas superiores a 100° C. y a una presión de vapor superior a la presión atmosférica, caracterizado por ser favorecida químicamente la desfibración mecánica por el mantenimiento en la materia prima de condiciones de acidez crudas mediante adición de limitadas cantidades de soluciones de ácidos o de sales ácidas que son ap-

20



152204

5 tas para establecer las mencionadas condiciones de acidez a las elevadas temperaturas citadas, y por regularse las temperaturas, los valores de pH y la duración de la reacción de forma que la acción química de las soluciones sobre la materia prima son limitadas de modo que se evita una demasiado grande desintegración de la estructura fibrosa, a continuación de lo cual el material fibroso obtenido es extraído del sistema cerrado.

10 2º - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1º., caracterizado por mantenerse las condiciones de acidez en la materia prima sobre valores de pH de 1-4.

15 3º - Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1º o 2º., caracterizado por provocarse las condiciones de acidez mediante adición de 0,5-3 % de ácido sulfúrico, referido al peso del material supuesto seco, y realizarse la desfibración mecánica dentro de unos límites de temperatura que van desde 150 a 170° C haciendo durar la reacción de 20 segundos a 3 minutos.

20 4º - Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado por introducirse el material, en estado esencialmente seco, en un recipiente cerrado cuyo volumen total está lleno de vapor de forma que se crea un ambiente principalmente en forma de gas o de vapor para el material acidificado, manteniéndose la tempera-

25

20/1/14



5 tura entre 150 y 200° C. con una presión conveniente para vapor saturado y desfibrándose mecánicamente el material acidificado en el interior del recipiente cerrado, en el ambiente de vapor y en las mencionadas condiciones de temperatura y de presión, despues de lo cual el producto obtenido es alejado del ambiente mencionado.

10 5º - Un procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por ser de 10 minutos a lo sumo la duración del calentamiento del material y por extraerse del sistema inmediatamente despues del tratamiento el material fibroso obtenido.

15 6º - Un procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por introducirse el material en un estado de sequedad de 1-3 partes en peso de humedad por cada parte en peso del material supuesto seco y calentarse el mismo durante una duración de 20 segundos a 10 minutos.

20 7º - Un procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por acidificarse el material hasta un valor pH de 2-3,5 mediante tratamiento con 0,5-1 por ciento en peso de ácido sulfúrico, referido al material supuesto seco, para lo cual se diluye el ácido sulfúrico con agua hasta obtener una solución al 1-2%, y por mantenerse en el sistema una temperatura

de 150-180° C y prolongado el calentamiento durante 20 segundos hasta 2 minutos.

5 8º - Un procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por tratarse el material con una solución de ácido sulfúrico, eventualmente eliminando el líquido no absorbido por el material, y por introducirse el material en estado esencialmente seco en el sistema, en el cual es calentado a una
10 temperatura entre 100 y 110-160° C. a una conveniente presión de gas o de vapor, después de lo cual es extraído del sistema inmediatamente después de la desfibración mecánica.

15 9º - Un procedimiento para la fabricación de material fibroso.

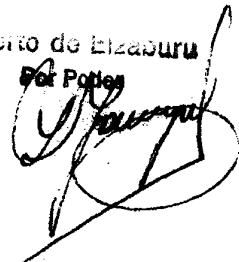
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de veinte hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 16 ABR. 1941

P. A.

Roberto de Elizaburu
Por Poderes



152204