



185921

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña

a la solicitud de

Una PATENTE DE INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA,

a favor de

DON JACQUES LEMAIRE, residente NOGENT S/MARNE (Seine)

FRANCIA, 10 Bd. de Strasbourg.

por

"PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION DE CELULOSA A PARTIR
DE VEGETALES"

Inventor: El solicitante, de nacionalidad francesa

(Con prioridad de la solicitud de Patente francesa
del 14 Noviembre de 1.947 P.V. 544.589)

-----*****-----



El presente invento tiene por objeto un procedimiento de extracción de la celulosa contenida en los vegetales, con vistas a su empleo ulterior en industrias de toda clase y en particular en las del papel y de las fibras artificiales.

5

El procedimiento descrito a continuación se aplica especialmente al tratamiento del esparto (alfa) de las plantas anuales tales como las pajas de cereales y en general de todos los desperdicios, textiles o no, procedentes de la agricultura o de la industria.

185921

10

El procedimiento, según el invento, consiste esencialmente en regenerar en forma de lejía de sulfito de sosa, el líquido negro procedente de un primer tratamiento con lejía alcalina sódica, lo cual permite realizar una importante economía de lejía sódica y, a la vez que se conserven las ventajas de las lejías múltiples, reduciéndose considerablemente el precio de coste de la pasta obtenida.

15

El previo lejiado alcalino tiene como función principal la despectinización de las fibras, es decir la de dejarlas libres de las materias llamadas "gomas de madera" ("gommes de bois") y otras materias incrustantes fácilmente solubles.

20

La lejía del lejiado previo será una solución de carbonato de sodio si se opera bajo presión, o de sosa cáustica diluida, si se opera a la presión atmosférica.

25

Después de dicho tratamiento se lava cuidadosamente la materia.

Con arreglo al procedimiento, la lejía negra se recupera mediante acidificación, siendo la temperatura óptima del orden de 50°, utilizándose anhídrido sulfuroso gaseoso, disuelto en forma de bisulfito de sosa. Una parte de las materias orgánicas se precipitan y son separadas de la solución mediante centrifugación.

30



35

Un lavado cuidadoso de los lodos precipitados con un agua acidificada al gas sulfuroso permite arrastrar el sulfito de sosa de impregnación de los lodos, los cuales, después de haber sido sometidos a centrifugación, conservan todavía un 80% de humedad aproximadamente. Las materias orgánicas precipitadas que en seco representan aproximadamente el 50% de las materias disueltas durante el primer tratamiento alcalino, pueden dejar secarse al aire, y, sea el que fuere su utilización ulterior, representan un subproducto de un valor interesante.

40

45

El gas sulfuroso permite obtener una solución ácida de sulfito de sodio la cual se puede utilizar para una segunda operación de lejía, neutralizada o no con carbonato de sodio y con o sin aditamiento de otros productos químicos. Mientras que la acidificación de la solución negra daba antes cloruro de sodio o una sal análoga sin valor, el procedimiento según el presente invento permite una recuperación casi total del sodio de la primera lejía bajo una forma que permite utilizarlo nuevamente en una segunda lejía; de esta suerte se pueden obtener, sin gastos suplementarios, productos de calidad superior y de un precio de coste más elevado, dado que:

50

55

a) la sosa empleada sirve dos veces;

b) en el curso de la primera operación de lejía se han eliminado las materias que, en los procedimientos usuales, son importantes consumidoras de productos químicos a causa de sus numerosas transformaciones bajo el efecto del calor, en el curso de la segunda operación de lejía.

60

65

Una semejante recuperación requiere un cuidadoso lavado, por ejemplo a contracorriente, de la semi-pasta conseguida después del lejido previo; las aguas de lavar residuales podrán servir de lejía para el previo lejido una vez reajustado su contenido de álcali.

185921



El cuadro anexo muestra esquemáticamente un modo de realización de un conjunto de ²lejiado ¹previo-lavado-recuperación, con arreglo al invento.

70

Según dicha realización el líquido circula en circuito cerrado, estando asegurado la renovación regular por el aditamiento de las aguas acidificadas del lavado de los lodos y la semi-pasta fabricada que arrastra consigo mediante impregnación un volumen de líquido igual a dicho aditamiento complementario.

75

Por la cabeza del aparato del lejiado previo A entran la fibra bruta 1, la sosa cáustica 2 y un líquido de impregnación 3, procedente de una operación subsiguiente; al final del tratamiento se recogen una solución negra 4 y una semi-pasta 5 impregnada del líquido negro. La solución negra 4, a la cual se agregan las aguas de lavar 6 y el excedente de la solución 3 constituyen la solución a regenerar 7. Dicha solución, dirigida al taller de acidificación - centrifugación B, sufre la acción del gas sulfuroso 8; dicha operación produce por un lado una solución regenerada 9 y por otro un precipitado de materias orgánicas 10.

80

85

Dichas materias, lavadas en C. con un agua acidificada por borboteo de anhídrido sulfuroso 11, dan lodos lavados 12 que se dejan secar. Las aguas de lavar 13 sirven para el primer lavado D de la pasta que sale del lejiador previo. De los aparatos D se retiran una semipasta lavada en parte 14 y aguas cargadas de solución negra 6 que se vuelven a utilizar según se han indicado anteriormente, en el mismo circuito.

90

95

La solución ácida regenerada 9 se vierte en el recipiente de neutralización E donde se la neutraliza mediante el aditamiento de carbonato de sosa 15; así se obtiene una solución de monosulfito de sosa 16 la cual lava e impregna en los aparatos de lavado F la semipasta 14 lavada ya par-



100

cialmente. A su salida de dichos aparatos se recoge la semipasta impregnada de solución de monosulfito 17. Las aguas de lavar 3 sirven, como se ha dicho anteriormente, para el lejiado previo de la fibra bruta, evacuándose el excedente hacia la solución a regenerar 7.

105

Un circuito así concebido prevé una leña conteniendo sulfito de sosa en permanencia; por consiguiente, basta con bisulfitar a cada paso por el aparato B la parte de sosa recientemente agregada a la solución, ya que de lo contrario el contenido de sosa del líquido aumentaría continuamente. Por otra parte parece que es racional equilibrar el consumo de sodio del lejiado previo y el monosulfito durante el segundo lejiado, de tal modo que los dos consumos concuerden entre sí: a 1% de sosa cáustica consumida debe corresponder la utilización ulterior de 2% de sosa en forma de sulfito.

110

115

Con arreglo a otro modo de realización, si el previo lejiado se hace con carbonato de sosa bajo presión, puede, en ciertos casos, ser preferible el no admitir sulfito de sosa en el dispositivo de leñar, en particular cuando la solución negra debe ser regenerada a continuación mediante acidificación; conviene en este caso lavar la pasta en agua limpia; así se obtiene:

120

1º) una semipasta impregnada de agua;

125

2º) una solución negra a bisulfitar, con o sin neutralización, según que el segundo lejiado adoptado sea ácido o alcalino.

130

3º) Aguas de lavar a reajustar en carbonato, para poder utilizarlas como solución de previo lejiado en una próxima operación, siendo en este caso al previo lejiado una operación discontinua. Un semejante lavado tiene la ventaja de poder en caso necesario almacenarse la semipasta sin riesgo de que se sulfate el sulfito de sosa; en cambio, la propor-



135 ción de semipasta líquida en el segundo lejiado que puede bajar a 1/2 cuando la fibra está impregnada de sulfito, sube inmediatamente a cerca de 1/4 cuando el lavado se haya efectuado en agua limpia.

140 Se tiene bastante libertad en cuanto a las modalidades de aplicación del procedimiento según las calidades exigidas al producto final; las condiciones de duración, de consumo global de productos químicos de la concentración de los baños y de temperatura pueden modificarse en función recíproca. A títulos de ejemplos se dan algunas ilustraciones no limitativas del método preconizado:

145 EJEMPLO 1.- Tratamiento de paja con previo lejiado a presión atmosférica y segundo lejiado alcalino.

150 El previo lejiado de la paja se efectúa de modo continuo en cubas cilíndricas, verticales u horizontales; un árbol axial lleva brazos mecánicos los cuales mediante su rotación aseguran el braseo adecuado de la lejía y de la paja, sobre la cual ejercen también un trabajo de cisallamiento. Se puede tratar la paja sin cortarla previamente; en este caso se debe emplear, antes de su entrada en la columna de previo lejiado, una lavadora de lana, de tipo conocido, caracterizada por su modo de propulsión; después de
155 la inmersión de la paja, traída mediante cinta de transporte de los dispositivos abrefardos, un tambor provisto de paletas y parcialmente inmerso, obliga la paja a avanzar debajo del nivel del baño; a continuación es atraída al canal de alimentación por un juego de horquillas articuladas, animadas de un doble movimiento de sube-y-baja y de va-y-ven; los agitadores del colador cortan así los tallos impregnados de líquido y suficientemente ablandados.

160 La alimentación del aparato de sosa y de líquido se efectúa en la cabeza del aparato, en el sitio donde la paja se inmerge, a razón de 30 gramos de sosa cáustica y de tres

185921

15



170

litros de lejía utilizada por kilo de paja entrante; en esta fase inicial el líquido contiene por litro 10 gramos de sosa cáustica, 10 gramos de sosa combinada con productos orgánicos o silicio y además sulfito de sosa, inactivo durante el previo lejiado, el cual se lleva a cabo a una temperatura media de 80° C. Hay que contar con una duración del tratamiento de 1 1/2 horas aproximadamente. La paja pierde peso en el curso de este tratamiento; por ejemplo por cada kilo que entra sale del aparato;

175

700 gramos de semipasta y
3 litros de solución negra.

Dichos 700 gramos arrastran 1 1/2 litros de solución negra; con arreglo al esquema, la solución negra excedente se dirige hacia la torre de acidificación; un primer lavado de la pasta, da 1 1/2 litros de aguas de lavar que se agregan a la solución negra; dichas aguas proceden originalmente del lavado de los lodos de acidificación; además - siempre con arreglo al esquema - a los citados 3 litros de solución por kilo de paja entrante afluye un suplemento de líquido constituido por el excedente de las aguas de segundo lavado de la semipasta.

180

185

Después de la acidificación mediante gases sulfurosos, el líquido es liberado de lodo mediante centrifugación, y a continuación es, por ejemplo, neutralizado con carbonato de sosa; la solución obtenida debe contener entonces por litro 40 gramos de sosa enteramente en forma de monosulfito. Con dicho licor se procede a un segundo lavado de la semipasta, a contra-corriente en todo aparato o serie de aparatos conveniente para efectuar este trabajo.

190

195

A raíz de este lavado salen de la cabeza del aparato las aguas de lavar, algunas de las cuales sirven después de su reajuste en sosa cáustica, en caso necesario previo recalentamiento y vertidas en la cabeza del lejiador previo.

185921



200

para el tratamiento de la fibra, mientras que otras son dirigidas hacia el taller de acidificación. A la salida del aparato se obtiene la semipasta impregnada de licor regenerado, o sea:

700 gramos de semipasta

205

1,5 litro de solución con 40 gramos por litro de sosa bajo forma de monosulfito, o sea 60 gramos por kilo (peso original) de paja.

185921

210

La citada materia tratada en un lejiador rotativo con calefacción directa durante cuatro horas a 160°C, con aditamento de 1% de sodio por kilo de paja original en la lejía de monosulfito tal como se indica en la patente francesa P.V. n.º. 543.708, depositada el 24 de Octubre 1947, a nombre del mismo solicitante, pierde aproximadamente un 30% de su peso; en esta fase la lignina se halla disuelta y se consigue una pasta sólida, limpia y fácilmente blanqueable.

215

Dado el reducido consumo total de productos químicos, la recuperación de la lejía negra sulfitada ya no es necesaria, desde el punto de vista comercial; sin embargo, conviene aprovecharla aplicando alguno de los muchos métodos conocidos; la carga excepcionalmente compacta del lejiador, a parte de la economía importante de vapor que proporciona, suministra una lejía negra concentrada; la pasta es bastante magra y se lava fácilmente; finalmente, las soluciones sulfitadas no producen espumas como las lejías sódicas. En el presente ejemplo, la sosa cáustica puede proceder del electrolisis in situ del cloruro de sodio, sirviendo el cloro liberado para blanquear la pasta cruda bajo forma de hipoclorito de calcio o bajo cualquier otra forma.

220

225

230

EJEMPLO II.- Tratamiento de caña de Provenza. Se puede someter igualmente a previo lejiado la paja, el esparto (alfa) etc. bajo presión, utilizándose una lejía de carbonato de sosa; dicha técnica permite emplear además vegetales el espe-



15

235

240

245

ser de cuyas paredes se halla entre la paja y la madera; tal es, entre otros, el caso del Arundo Donax o caña de Provenza. Dicha materia previamente cortada en trozos de algunos centímetros de longitud, es sometida a un previo tratamiento con lejía de una duración más larga que en el caso de la paja; se mantiene durante 1 hora 1/2 a 2 horas una presión de 2 kgs., conteniendo la lejía de 10 a 20 gramos de sosa por litro bajo forma de carbonato neutro. La materia saliente es desfibrada mediante tambor raspador o de cualquier otro modo y es lavada a contracorriente con agua limpia; a continuación se la introduce en el lejiador al sulfito con la cantidad correspondiente de solución regenerada. Las aguas de lavar, después de un lejiado previo, sirven de lejía para el lejiado previo. El consumo de carbonato calculado en sosa cáustica es de aproximadamente un 6% del peso de las fibras brutas.

185921

N O T A

250

En resumen: La Patente de Invención cuyo registro se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

255

1ª.- Procedimiento de extracción de la celulosa de vegetales, caracterizado por el hecho de que la fibra se trata con una lejía alcalina sódica, porque la solución negra así obtenida es acidificada por medio de anhídrido sulfuroso de modo de dar una solución sulfitada sódica y porque se efectúa un segundo lejiado con dicha solución sulfitada.

260

2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el lejiado preliminar se efectúa bajo presión con carbonato de soda.

3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el lejiado preliminar se efectúa a la presión atmosférica con sosa cáustica diluida.

4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque la acidificación de la solución negra se



265

efectúa por medio de anhídrido sulfuroso empleado gaseoso en borbotos.

5º.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque la acidificación de la solución negra se efectúa por medio de anhídrido sulfuroso en solución.

270

6º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizada porque la acidificación de la solución negra se efectúa por medio de anhídrido sulfuroso en forma de bisulfito.

185921

275

7º.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la acidificación de la solución negra se opera a una temperatura de unos 50°C.

8º.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores caracterizado, porque se procede, para la acidificación a "contra-corriente" utilizando, para el lavado de la solución negra, las aguas acidificadas que han servido ya para lavar los lodos, procedentes de un primer tratamiento de la solución negra y/o de la semipasta procedente del tratamiento preliminar con lejía.

280

9º.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque en el proceso de la acidificación a "contra-corriente" se emplea para el lavado de la solución negra, una solución negra regenerada bajo forma de solución de sulfito de sosa, la cual ha servido previamente para un último lavado de la semipasta procedente del tratamiento preliminar con lejía..

285

10.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se procede a la acidificación, combinando las dos variantes del procedimiento a que se refieren las reivindicaciones 8 y 9.

290

11.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque después del tratamiento preliminar con lejía la semipasta conseguida se lava con agua.

295

12.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracteri-



sado por que la semipasta conseguida es lavada, por lo menos en último lugar, con una solución de sulfite de sosa.

500

13.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 13 caracterizado porque las sales de sosa arrastradas por el agua de impregnación de los lodos son recuperadas mediante lavado y nueva centrifugación.

505

14.- Se reivindica, por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita, "PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION DE GELULOSA A PARTIR DE VEGETALES"

Todo conforme queda descrito en la presente Memoria, que consta de once páginas escritas a máquina y dibujos que se acompañan.

Madrid, 15 de Noviembre de 1.948

ALFONSO UNGRIA

185921

