

no/

186187

26 NO



186187

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

a favor de

D. José M^{te}. TOMAS SAGARRA - de nacionalidad española - domiciliado en BARCELONA, Diputación, 323,

por:

" Procedimiento para obtener sales alcalinas de los ácidos glicolcelulósicos, que se disuelven o se hinchan en el agua ".

-----:OO:-----

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Quando se quiere obtener sales alcalinas de los ácidos glicolcelulósicos que sean solubles o que se hinchan



186187⁵

10

en contacto con el agua, se procede usualmente haciendo reaccionar celulosa con ácido cloracético o con las sales alcalinas de este ácido en presencia de un álcali. En esta operación se emplea usualmente el ácido cloracético o sus sales en considerable exceso; por ejemplo, Sakurada (Zeitung angew. Chemie 42, 1929, pág. 641, tabla 1) sólo obtuvo productos hidrosolubles empleando por lo menos 5,5 moles de ácido cloracético por resto glucósico, a pesar de que esos éteres hidrosolubles de la celulosa no necesitan contener más que 0,6 a 1 resto de ácido glicólico, por resto glucósico.

15

Se ha descubierto que con cantidades mucho menores de ácido cloracético puede transformarse casi totalmente la celulosa en una sal alcalina del ácido glicolcelulósico que se disuelva o se hinche en el agua, haciendo reaccionar la celulosa con 0,8 a 1,6 moles de ácido cloracético (o sus sales sódicas) por resto glucósico, lo que corresponde a unas 100 a 50 partes en peso, por 100 partes en peso de celulosa anhidra, trabajando mecánicamente la masa de reacción en presencia de no más de 200 partes en peso de agua con relación a la celulosa seca, y de hidróxido alcalino en exceso, y calentando en caso necesario la mezcla reaccionante durante la elaboración mecánica o después de la misma por algún tiempo, a 50-100°C.

20

25

La elaboración mecánica de la mezcla deberá practicarse de manera que ocasione una completa interposición de los componentes que reaccionan, a la vez una intensa trituración o desgarrado del material celulósico. Esto puede conseguirse en una sola operación, por ejemplo, empleando un deshilachador, o en operaciones separadas, mezclando primero íntimamente los materiales en una mezcla-

30



dora amasadora, y desmenuzándolos luego con ayuda de un diablo o de cilindros.

Si se prepara bien la mezcla, el calor de la reacción ocasiona un aumento de temperatura hasta 50° a 100°C, que basta para dar completo curso a la reacción. En otro caso, como ocurre especialmente cuando la adición de ácido cloracético se mantiene en las proximidades del límite mínimo antes mencionado, hay que calentar durante algunas horas a 50° hasta 100°C.

Resulta ventajoso terminar la elaboración mecánica de la mezcla reaccionante antes de dar lugar a que comience en proporción considerable a esterificarse. En efecto, mientras la celulosa no se esterifica o le hace sólo en cantidad poco apreciable, la masa se mantiene porosa; pero al iniciarse la esterificación se vuelve el producto plástico, y al prolongarse la elaboración mecánica se obtiene en forma de masa compacta. La estructura porosa brinda ventajas prácticas tanto si el producto obtenido ha de utilizarse sin someterlo a ulterior limpieza, por esponjarse así mejor en el agua, como en el caso de lavarlo para eliminar sales, pues entonces se embebe mejor del líquido de loción.

Las sales alcalinas del ácido glicolcelulósico obtenidas por el procedimiento que antecede tienen la ventaja de impurificarse relativamente poco con las sales que se obtienen como subproductos al esterificar. En consecuencia, pueden emplearse para muchos fines, por ejemplo, en calidad de carga para jabones, sin necesidad de depurarlas. Si se las quiere purificar, puede procederse de manera corriente, por ejemplo, eliminando las sales por un lavado con alcohol, o convirtiendo el producto bruto en ácido glicol-

186187

5

10

15

20

25

30



celulósico libre, insoluble en agua, lavando éste con agua y neutralizando con un álcali.

Los productos obtenidos por el procedimiento descrito, empleando una cantidad de ácido cloracético próxima al límite mínimo antes mencionado, se disuelven o se hinchan en el agua, presentando una viscosidad relativamente escasa, lo que los hace de especial aplicación para ciertos usos, por ejemplo, en la industria textil o como engrudo.

EJEMPLO.

10

Se mezclan bien en una mezcladora y amasadora, durante media hora, 33 Kgs. de celulosa húmeda, que contiene 45% de agua, y 11,1 Kgs. de hidróxido sódico más 6 Kgs. de agua; se añade luego una solución de 9,3 Kgs. de ácido cloracético en 11 Kgs. de agua, previamente neutralizado

15

con 5,5 Kgs. de sosa sólida, y todo ello se trabaja durante una hora en la amasadora. Esto ocasiona un calentamiento muy ligero, y el producto, aún después de prolongado reposo, sólo es soluble en agua en escasa proporción. El producto que sale de la amasadora se hace pasar sucesivas veces

20

por un diablo, y después de abandonado durante varias horas, se vuelve hidrosoluble en su mayor parte. La transformación es más completa aún si se somete el producto que sale del diablo a unos 80°C durante varias horas. El éter de celulosa así obtenido en bruto contiene todavía un ligero

25

exceso de álcali, y puede utilizarse para diversos fines, por ejemplo, como adición para jabones, sin más depuración, tras un simple lavado.

30

Se obtiene un producto purificado, por ejemplo, lavándolo con alcohol. También es posible purificarlo a través del ácido glicolcelulósico libre. Con este objeto se incorporan 100 Kgs. del producto bruto reseñado a 200 Kgs. de ácido sulfúrico al 10% se exprime el ácido glicol-

5
186187



celulósico obtenido, se lava con agua y se amasa con la cantidad de álcali necesaria para neutralizar, desecándolo y moliéndolo en caso necesario.

5

-----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

186187

10

1.- Procedimiento para obtener sales alcalinas de los ácidos glicolcelulósicos, que se disuelven o se hinchan en el agua, por reacción de la celulosa con ácido cloracético o sus sales alcalinas, caracterizado por someter la celulosa a un tratamiento mecánico, en presencia de un exceso de álcali y una cantidad de agua que no exceda del doble de la celulosa empleada, con una proporción de ácido cloracético o sus sales alcalinas no superior al 50-100% en peso, de la celulosa en tratamiento.

15

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por mantener durante un cierto tiempo a la temperatura de 50-100°C la mezcla reaccionante.

20

3.- Procedimiento para obtener sales alcalinas de los ácidos glicolcelulósicos, que se disuelven o se hinchan en el agua.

Esta memoria consta de cinco páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 26 NOV. 1948

P.A.

JOSE MARIA SOLIBAR