



23 949

187952

25 ABR. 1949

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCIÓN 187952

en

E S P A Ñ A

por VEINTA años

a nombre de WYANDOTTE CHEMICALS CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 1.609 Biddle Avenue, Wyandotte, Michigan, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE FABRICAR CARBOXIMETILCELULOSA".-

El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de un éter de celulosa, denominado más popular y corrientemente "carboximetilcelulosa". A tal éter de celulosa se ha hecho referencia desde el punto de vista técnico, tanto en la bibliografía anterior como en las patentes anteriores, como ácido glicólico de celulosa o, en el caso



1.1949

187952

de su sal sódica soluble en agua, como glicolato sódico de
celulosa. El glicolato sódico de celulosa o carboximetil-
celulosa sódico es un compuesto químico de importancia comer-
cial y utilidad sobresalientes. Tiene muchos campos de
5 uso y de adaptación comercial, tales como su incorporación
en fangos para perforación, su uso como agentes espesante y
dispersante en la fabricación de cosméticos y pinturas, su
uso como adición en alimentos, su incorporación en jabones
y detergentes como acelerador de la acción limpiadora, etc.

10 Por tanto ha existido una demanda creciente y nota-
ble de carboximetilcelulosa. Debido al coste relativamente
elevado y al proceso, relativamente prolongado, requerido
hasta ahora en la fabricación de este producto, no ha sido
satisfecha tal demanda comercial. El objeto general y la
15 naturaleza de este invento son crear un procedimiento para
la fabricación de carboximetilcelulosa, o glicolato sódico
de celulosa, en el cual el tiempo de tratamiento se reduce
a sólo una fracción del requerido hasta ahora; en el que la
reacción del procedimiento se hace muy eficaz porque la can-
20 tidad de material no reaccionado presente en el producto fi-
nal es virtualmente igual a la que se encuentra en el produc-
to de un procedimiento de maceración; en el que el grado de
sustitución del éter de celulosa da una proporción insólita-
mente alta del grado teórico de sustitución; en el cual se
25 requiere un equipo relativamente barato y de funcionamiento
económico; y finalmente, un procedimiento que se adapta fá-
cilmente al trabajo continuo.

Los procedimientos anteriormente descritos para la

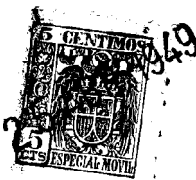


349

187952

fabricación de carboximetilcelulosa requerían la maceración del material celulósico de partida en un reactivo líquido. Por ejemplo, en la patente británica n° 138.116, se requiere que la celulosa sea transformada primero en celulosa a la 5 sosa y, entonces, después de eliminar o expulsar el exceso de sosa cáustica, se eterificaba con ácido monocloroacético o con cloroacetato sódico. En la patente norteamericana n° 2.131.733 la celulosa en forma de lámina se macera en una solución de cloroacetato sódico, la solución en exceso se 10 expulsa de las láminas y éstas se someten a tratamiento con sosa cáustica. En la Patente norteamericana n° 2.278.612 se trata primero una lámina continua de linters de algodón en un baño de ácido cloroacético, el ácido en exceso se expulsa de la lámina, ésta se hace pasar luego a través de un 15 baño de sosa cáustica y la lámina así tratada se corta en pedacitos finalmente y se deja envejecer durante varias horas a fin de efectuar la reacción de eterificación. En todos estos procedimientos de la técnica anterior, se han necesitado prensa de maceración, recipientes para el proceso de 20 reacción y otro equipo relativamente costoso. Las duraciones de la reacción han sido todas insólitamente largas tales como, por ejemplo, de 38 horas como mínimo de tiempo de tratamiento requerido por el procedimiento de la patente británica n° 138.116 y 23 horas requeridas por el procedimiento 25 de la patente norteamericana n° 2.131.733.

Incluso aunque anteriores contribuyentes a la técnica han intentado emplear celulosa en varias formas físicas, tales como la forma de láminas de la técnica anterior mencio-



187952

nada arriba, las láminas desmenuzadas de celulosa o la celulosa "granulada" de 1,6 a 12 mm. de tamaño de partículas de la patente norteamericana n° 2.067.946 e incluso la celulosa en estado de borra" (véase pág. 1, columna 1, líneas 36-41 de la patente norteamericana n° 2.067.946), los obstáculos del alto coste de la operación y del equipo y de la prolongada duración de la reacción no han podido ser vencidos.

De acuerdo con el procedimiento que incorpora el principio del invento, se obtiene una rápida y muy eficaz reacción de eterificación. Se elimina la maceración de la celulosa con reactivos líquidos, que implica el uso de un equipo y maquinaria costosos; así como la necesidad de tratar cantidades relativamente grandes de reactivos líquidos en exceso. El procedimiento del invento efectúa una reacción de eterificación a fondo y completa en un período de 3 a 8 horas, que viene a ser unas tres a ocho veces más rápida que la obtenible hasta ahora. Además, el grado de sustitución del radical de ácido glicólico o de glicolato sódico en el éter de celulosa es de un orden elevado. Así, la reacción eficaz y a fondo no es sacrificada por la rapidez. El procedimiento del invento puede llevarse a cabo en un equipo relativamente barato y de peso ligero. Y, finalmente, el procedimiento se adapta fácilmente a un trabajo continuo.

Bosquejado en pocas palabras, el procedimiento del invento supone, ante todo, la utilización de una celulosa molida y desmenuzada (denominada "copos de celulosa" en el comercio) con un tamaño de partículas más fino que el tamiz de 40 mallas, es decir, capaz de pasar a través de un tamiz



187952

de 40 mallas, y una densidad a granel de al menos 81 grs. por decímetro cúbico. Tal celulosa molida, con los reactivos líquidos -solución de sosa cáustica y solución de ácido cloroacético (o cloroacetato de sodio)- añadidos, se somete a una acción mecánica de mezcla hasta que esté terminada toda la reacción química. Estos reactivos líquidos se añaden con preferencia en sucesión, pero el orden de su adición carece de importancia, es decir, que la sosa cáustica puede añadirse primero, seguida por el ácido, o viceversa. Durante todas las fases de mezcla y de reacción del proceso, la celulosa desmenuzada y los reactivos añadidos se agitan en una forma simple de agitador mecánico tal como un tambor oscilante rotativo, que comunica una acción de oscilación rotativa al material, o una forma equivalente de aparato mezclador de materiales sólidos, tal como una malaxadora o un mezclador de brazo en sigma. La mezcla de la celulosa y los otros reactivos, así como la reacción de esterificación, pueden realizarse por completo dentro del recipiente mezclador como único equipo preciso.

Se ha comprobado que la limitación del tamaño de partículas de la celulosa molida capaz de operación satisfactoria en el procedimiento, está completamente bien definida. Cuando la celulosa es puesta en contacto con solución de álcali cáustico, existe tendencia a que las fibras o partículas de celulosa se hinchen e impidan la penetración del reactivo líquido de adición al interior de la masa de celulosa, impidiendo así la reacción ulterior. Este estado existe particularmente en el caso de celulosa en forma de láminas e incluso



187952

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

en el caso de "celulosa granulada" que es una lámina de celulosa desmenuzada y que, por consiguiente, puede considerarse como un tamaño grueso de partículas de celulosa molida; es decir, mayor del tamaño del tamiz de 16 mallas. Análogamente, "la borra de celulosa" que consiste en fibras no molidas en estado de borra de densidad a granel extremadamente ligera (16 a 32 gre. por dm^3) se apelmazará o formará grumos cuando se humedezca con el reactivo líquido y se someta a una operación de mezcla.

10 En procedimientos anteriores, el uso de cantidades en exceso de reactivos líquidos, tales como sosa cáustica, ha sido, indudablemente, requerido por la mencionada acción de esponjamiento de los aglomerados de celulosa; al paso que, en el procedimiento del invento, las partículas individuales
15 separadas de celulosa son de tamaño tal que son capaces de ser humectables y reaccionables a fondo con tales líquidos reactivos a través de toda la masa de celulosa; de modo que sólo precisa usarse en este procedimiento la cantidad químicamente equivalente de sosa cáustica, por ejemplo.

20 El inventor ha establecido así que la escala del tamaño de partículas para la celulosa molida empleada en el procedimiento está limitada por el tamaño máximo de partículas del tamiz de 40 mallas. Esta limitación máxima del tamaño de partículas es crítica.

25 Aunque el procedimiento del invento puede realizarse con solución de cloroacetato sódico como reactivo previamente preparado, es preferible efectuar la formación de cloroacetato sódico in situ o dentro de la masa de reacción,



187952

lo cual se realiza alternativamente (1) pulverizando ácido cloroacético diluido sobre la mezcla de reacción de celulosa y NaOH, (2) añadiendo carbonato sódico sólido seco (tal como "sosa calcinada ligera") a la celulosa y rociando luego la
5 mezcla con solución de ácido cloroacético o (3) invirtiendo este orden de adición y rociando primero con la solución de ácido cloroacético siguiendo con la adición del carbonato sódico sólido seco.

El procedimiento del invento posee también la ventaja de utilizar concentraciones relativamente fuertes de soluciones de reactivos, eliminando con ello la necesidad de manejar y extraer el agua en exceso. Se ha comprobado que, con preferencia, han de emplearse solución de sosa cáustica de concentración de aproximadamente 50 % y soluciones de
10 cloroacético de, al menos, 50 % de concentración. Las soluciones de ácido cloroacético del orden de 80 % de concentración operan perfectamente en este procedimiento.

El dibujo anejo es una ilustración diagramática del procedimiento del invento en el cual está adaptado al trabajo
20 continuo. Los ejemplos siguientes servirán para ilustrar detalladamente la forma precisa en la cual puede practicarse el procedimiento.

EJEMPLO COMPARATIVO.

Para ilustrar con más detalle el grado de eficacia
25 insólitamente alto del presente procedimiento, se hizo carboximetilcelulosa sódica en la forma siguiente de acuerdo con el ejemplo 1 de la patente norteamericana n° 2.131.733.

celulosa de madera en forma de láminas (pulpa al



25 949

187952

sulfito "St. Regis Naama bleached") en cantidad de 500 gramos, se macero durante dos horas en una solución de monocloroacetato sódico hecha a partir de 1125 grs. de ácido monocloroacético, 1000 grs. de bicarbonato sódico y 2125 grs. de agua destilada. La concentración de la solución de ácido cloroacético era así de aproximadamente 34 % en peso, y la solución resultante de cloroacetato sódico calculada para ser aproximadamente de 37 %. Después de maceración la celulosa se prensó, eliminando la solución en exceso, hasta un peso de 1375 grs. La lámina de celulosa prensada se colocó luego en un desmenuzador y se desintegró durante una hora. Se añadió entonces solución de sosa cáustica (44 % NaOH), preparada mezclando 331 grs. de NaOH anhidro en 419 grs. de agua destilada, a la celulosa desmenuzada y la mezcla se sometió a la acción del desmenuzador durante un período continuado de 20 horas. El producto resultante se colocó en una estufa a 80°C. durante hora y media, a fin de realizar un secado adecuado.

Las citadas cantidades de ingredientes en gramos corresponden matemáticamente a las cantidades dadas en partes de peso en el ejemplo 1 de la patente norteamericana n° 2.131.733.

Al analizar el producto de carboximetilcelulosa sódica resultante de este procedimiento últimamente descrito, se comprobó que contenía 6.7 % (promedio de determinaciones duplicadas) en peso de insolubles (base seca) y un grado de sustitución de 0.2. Este grado de sustitución fue, así, 20 % aproximadamente del teórico grado de sustitución 1.0 ó



187952

"1 mol de agente alcoholador por unidad de glucosa de la celulosa", del procedimiento de la mencionada patente.

Los últimos resultados analíticos anteriores se obtuvieron de acuerdo con los siguientes procedimientos.

5

Contenido de insolubles en agua

Procedimiento analítico

pésense 5 gramos de carboximetilcelulosa, tal como se recibe, en un vaso de precipitar de 600 ml., añádanse aproximadamente 400 ml. de agua. Caliéntese hasta cerca de la ebullición (80-95°) mientras se agita con un agitador eléctrico hasta que la carboximetilcelulosa sódica esté completamente dispersada y todo el material soluble esté en solución (usualmente son adecuadas dos horas de agitación), enfríese, transiérase a un matraz volumétrico de 500 ml., lavando el vaso de precipitar con agua destilada, complétese con agua destilada hasta la marca, mezclese a fondo y déjese reposar durante la noche o hasta que el material insoluble haya sedimentado al fondo del matraz y el líquido que sobrenada esté claro. Sáquense con pipeta 50 ml. de líquido claro y póngase dentro de un matraz de pesadas cubierto y tarado. Quitese la cubierta, evapórese el agua al baño de vapor, colóquese en una estufa y séquese a 110°C. hasta peso constante, vuélvase a poner la cubierta mientras está en la estufa, retírese, enfríese en un desecador y pésese.

$$\% \text{ insolubles (base seca)} = \frac{(W - M - 10S) \times 100}{W \times (100\% - \% \text{H}_2\text{O})}$$

W = peso de la carboximetilcelulosa sódica

M = Gramos de humedad

S = peso de material disuelto en 50 ml.



25

187952

Grado de sustitución
Procedimiento analítico.

pésense 2.-3. gramos de carboximetilcelulosa sódica en un matraz Erlenmeyer de boca ancha de 250 ml., añádanse 50
5 cc. de solución de metanol y ácido nítrico (100 ml. HNO_3 70 % por 1 litro de metanol anhidro), ciérrase y agítase durante 3 horas. Filtrese a través de un crisol de vidrio filtrante tarado (Ace calidad A u otra de porosidad similar) o filtro de Gooch con delgada capa de amianto. Transfiérase la carboximetilcelulosa sódica al filtro cuantitativamente y elimí-
10 nese el ácido por aspiración. Lávese con 200 ml. de metanol 70 % sin dejar que se seque el tampón filtrante. (El metanol puede colocarse en un embudo separador que está unido a un crisol con tapón de caucho perforado, con cierre hermético, y el grifo puede ajustarse de modo que el metanol gotee
15 constantemente a través del filtro).

Cuando se ha añadido todo el metanol, elimínese el exceso por aspiración, añádanse 20 cc. de metanol 70 % y séquese de nuevo por aspiración. Ensáyese este filtrado en
20 cuanto a su neutralidad con indicador de rojo de metilo. Si es ácido, continuar lavando hasta que sea neutro, y elimínese el líquido de lavado por aspiración. Lávese tres veces con metanol anhidro, elimínese el metanol por aspiración, séquese en estufa a 100°C, enfríese en desecador.

25 Transfiérase cuantitativamente a un Erlenmeyer de 500 cc., humidézcase la carboximetilcelulosa sódica con 15 ml. de metanol 70 %, añádanse entonces 200 ml. de agua destilada y 50 ml. de solución standardizada de $NaOH$ 0.5N medida con



25

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

187952

exactitud desde una bureta. Tépese y agítese durante 3 a 5 horas. Titúlese con HCl 0.5N usando fenolftaleína como indicador.

$$\frac{(\text{ml. NaOH} \times N) - (\text{ml. HCl} \times N)}{\text{peso de carboximetilcelulosa sódica}} = A$$

5

$$\frac{0.162 A}{1 - 0.058 A} = \text{Grado de sustitución}$$

EJEMPLO 1.

Una celulosa de madera desmenzada o molida, disponible en el comercio bajo la denominación "BW-40 Solka Floc" con un tamaño de partículas de 40-300 mallas, y una densidad a granel de 115 grs. por dm³ se cargó en un tambor oscilante rotativo de 52 cm. de diámetro, 30 cm. de longitud, y en cantidad de 1400 grs. Un análisis típico al tamiz de esta celulosa desmenzada o molida es como sigue:

	Mallas del tamiz	% Retenido
15	(Tamiz normal de EE.UU.)	
	40	0.4
	60	14.2
	80	22.6
	100	8.0
20	200	25.0
	A través de 200	-29.8 %
	Total.....	100.0

Se verá que la mayor parte (54.8 %) de la anterior celulosa analizada es más fina del tamaño de tamiz de 100 mallas.

25



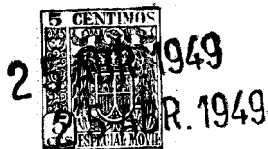
25 ABR. 1949

187952

Una vez que la mencionada celulosa desmenuzada se cargó en el tambor oscilante, se roció luego en el tambor durante un período de 16 minutos y sobre la celulosa seca solución de ácido monocloroacético de concentración 48.8 % en cantidad de 1770 grs. Esta cantidad de ácido monocloroacético corresponde a 1.07 moles por mol de unidad de glucosa de la celulosa. El movimiento oscilante se continuó luego durante una hora, después de lo cual se añadieron durante un período de 10 minutos 480 grs. de carbonato sódico anhídrico (equivalente estequiométricamente al ácido cloroacético presente), en forma de "sosa calcinada ligera". Esta mezcla se continuó moviendo durante un período de 1 1/2 horas. Se roció sobre la mezcla agitada, durante un período de 56 minutos, solución de sosa cáustica con una concentración de 50 % en peso de NaOH y en cantidad de 1001 grs.

Se añadió bicarbonato sódico en cantidad de 510 grs., suficiente para neutralizar la sosa cáustica en exceso, a la mezcla de reacción durante 1 hora y 34 minutos después de terminada la pulverización con la sosa cáustica. La acción de oscilación del tambor se continuó durante un período adicional de 2 horas. Después de secar el producto carboximetilcelulósico en una estufa, se obtuvieron 3050 grs. Esto representó un rendimiento del 65 % de producto carboximetilcelulósico seco, referido al peso de los materiales de partida totales (con inclusión del agua) empleados en el procedimiento. La duración total del proceso fué de 7 horas y 26 minutos.

Al analizar, el producto de carboximetilcelulosa resultó contener 8.4 % en peso de material insoluble y un grado



187952

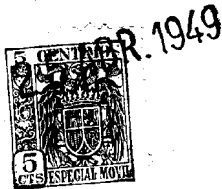
de sustitución de 0.72. El grado teórico de sustitución basado en la cantidad total de ácido cloroacético empleado en el procedimiento por mol de unidad de glucosa en la celulosa, era de 1.07. Así el grado de sustitución realmente obtenido fue de 67 % del grado de sustitución teóricamente obtenible.

E J E M P L O 2.

13-60 Kgs. de la misma celulosa desmenuzada empleada en el ejemplo 1, y 4-60 Kgs. de sosa calcinada ligera se cargaron en un tambor rotativo de un diámetro de 1.20 m. y accionado a una velocidad de 16 r.p.m. Esta mezcla se hizo oscilar durante un período de una hora. Luego se roció solución de ácido monocloroacético de 48.8% de concentración, en cantidad de 17.3 Kgs. y estequiométricamente equivalente al carbonato sódico presente, dentro del tambor rotativo, durante un período de 25 minutos. La mezcla celulosa-monocloroacetato sódico continuó recibiendo un movimiento oscilante durante una hora, después de lo cual se roció sobre la mezcla de reacción sosa cáustica de concentración de 46.8 % y en cantidad de 8-4 Kgs. La pulverización de la sosa cáustica ocupó un período de 20 minutos. Una vez añadida la sosa cáustica, el movimiento oscilante se continuó durante media hora y la carboximetilcelulosa se descargó del tambor oscilante. El tiempo total del proceso fue de 3 horas 15 minutos.

Luego el producto se secó en la estufa de secado a una temperatura de 30°C.

Se hicieron otras dos cargas siguiendo el procedimiento descrito para este ejemplo, y los productos carboximetilcelulósicos de los tres ensayos se mezclaron entre sí para obtener una mezcla compuesta media.



187952

Al analizar esta mezcla compuesta resultó contener 11.9 % de insolubles, y un grado de sustitución de 0.8. Esto representó el 75 % del grado de sustitución teóricamente obtenible.

5 EJEMPLO 3.

La misma celulosa desmenuzada empleada en los anteriores ejemplos 1 y 2, en cantidad de 1260 gramos, se cargó en el mismo tambor oscilante de 52 cm. de diámetro empleado en el ejemplo 1. Sobre la celulosa agitada y durante un período de 1/2 horas se rociaron 1800 grs. de solución de sosa cáustica de 27 % de concentración. El movimiento oscilante del tambor se continuó durante un período de 2 1/2 horas, después de lo cual se rociaron 1026 gramos de cloroacetato sódico de 94.5 % de concentración. El movimiento oscilante, incluyendo el tiempo para la adición de la solución de cloroacetato sódico, se continuó durante otras dos horas, en cuyo momento se añadieron 459 grs. de bicarbonato sódico en forma seca. Hubo un período final y continuado de movimiento oscilante de 2 horas; la duración total del proceso fué de 7 horas. El producto de reacción del tambor oscilante se secó a la estufa a la temperatura de 65°C., y dió como resultado un producto que, en el análisis, era equivalente al del ejemplo 1.

Los procedimientos de los ejemplos 1-3, y el procedimiento continuo descrito posteriormente, operan igualmente bien sobre calidades más finas de celulosa en copos molidos, siendo típicos de las mismas los siguientes análisis al tamiz:



25 ABR 1940

187952

Tamaño de mallas del tamiz (tamiz normal de EE.UU.)	% Retenido "BW-100"	% Retenido "BW-200"
100	11	0.5
150	16.5	5.5
5 200	13	12.5
325	12.5	36
A traves de 325	47	45.5
	<u>Total ..100</u>	<u>100</u>

Se verá que en los dos anteriores análisis al tamiz la mayoría de la celulosa es de tal tamaño de partículas que es más fina de 100 mallas, a saber: 89 % y 99.5 %, respectivamente.

Procedimiento continuo.

Los anteriores ejemplos 1-3 se refieren a un tipo de procedimiento por cargas para la práctica de este invento. Sin embargo, para adoptar el procedimiento a una forma de operación continua, la celulosa desmerizada del tamaño de partículas -40 mallas se alimentó a un transportador de tornillo, que, a su vez, descarga dentro del extremo de alimentación de un tambor de reacción rotativo, alargado. La velocidad de la rotación, y el ángulo de inclinación del tambor y su longitud, son tales como para obtener un desplazamiento del material celulósico (a saber, tanto en su forma reaccionada como no reaccionada, aplicado a una cantidad dada del mismo) de un extremo del tambor al otro durante un período de aproximadamente 3-5 horas.

Después se pulveriza solución de sosa cáustica de con-



18 7952

5 concentración de 50 % aproximadamente desde un cabezal rociador cercano a la extremidad de alimentación del tambor. Luego se pulveriza solución de ácido monocloroacético de concentración aproximada de 80 % sobre la mezcla de reacción desde el cabezal de pulverización 5 que está situado aproximadamente en el punto medio de la longitud del tambor 3.

10 El producto de carboximetilcelulosa se descarga luego continuamente de la extremidad de descarga abierta 6 del tambor 3. Este producto es completamente adecuado para su uso en estado húmedo, según se descarga, y en algunos casos (tal como cuando se trata con soluciones) ha de preferirse a la forma deshidratada. Sin embargo, a fin de obtener esta última forma del producto, el producto sin secar puede llevarse directamente desde la extremidad de descarga 6 a un
15 aparato secador separado (que no se ha representado) tal como un horno secador o un secador relámpago.

20 Un producto representativo (secado relámpago) del procedimiento continuo últimamente descrito resultó tener en el análisis un contenido medio de insolubles de 5.5 % (base seca), en muestras tomadas de varios miles de Kgs. de producción. El grado de sustitución resultó oscilar desde 0.6 hacia arriba, lo cual representó al menos 50 % del obtenible teóricamente, estando controlada la proporción de alimentación de material de partida y de reactivos de modo que estuvieran sobre la base de un grado teórico de sustitución de
25 1.2.



1949

187952

- N o t a -

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:

5 1º.- El procedimiento de hacer carboximetilcelulosa, caracterizado por someter a una acción de mezcla mecánica una masa de celulosa desmenuzada que tiene un tamaño de partículas capaz de pasar a través de un tamiz de 40 mallas y añadir a dicha masa durante dicha mezcla una solución acuosa de álcali cáustico y una solución acuosa de esterificación de ácido cloroacético o cloroacetato sódico.

10

 2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque la celulosa desmenuzada es en su mayor parte más fina del tamaño del tamiz de 100 mallas, y tiene una densidad a granel de al menos 81 grs. por decímetro cúbico.

15

 3º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 2º, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo rociando soluciones acuosas de sosa cáustica y ácido cloroacético sobre la masa de celulosa desmenuzada la cual es sometida a una acción de agitación oscilante.

20



1949

MALA FERRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

4º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque las soluciones de sosa cáustica y de ácido cloroacético son, al menos, de concentración aproximada de 50 % en peso.

5 5º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por mezclar la celulosa desmenuzada con ácido cloroacético y añadir carbonato sódico en una cantidad estequiométrica para neutralizar el ácido, después de lo cual se rocía sobre la masa una solución acuosa de sosa cáustica.

10

6º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque se añade bicarbonato sódico para neutralizar el exceso de sosa cáustica.

15 7º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el cloroacetato sódico se prepara in situ rociando ácido cloroacético diluido sobre la celulosa y la sosa cáustica o añadiendo carbonato sódico sólido seco a la celulosa y rociando luego la solución de ácido cloroacético sobre la mezcla o rociando primero el ácido cloroacético sobre la celulosa y añadiendo luego carbonato sódico sólido seco.

20

25 8º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado por introducir la celulosa dentro de la extremidad de alimentación de un tambor rotativo, rociar solución cáustica dentro del tambor en un punto adyacente a dicha extremidad de alimentación, rociar el ácido cloroacético dentro del tambor en un punto más alejado de dicha alimen-



187952

tación y descargar continuamente carboximetilcelulosa de la
extremidad opuesta de dicho tambor.

9º.- Un procedimiento según se reivindica en cual-
quiera de los puntos anteriores, caracterizado por continuar
5 la acción de mezcla durante un tiempo de 3 a 8 horas.

10º.- un procedimiento de hacer carboximetilcelu-
losa, en esencia como se ha descrito.

11º.- un procedimiento de fabricar carboximetilce-
lulosa.

10 Tal y como se ha descrito en la memoria que ante-
cede representado en el dibujo que se acompaña y con los fi-
nes que se han especificado.

Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas
por una sola cara.

15

Madrid,

25 ABR. 1949

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

SPAIN

43765

187952

P. 7410

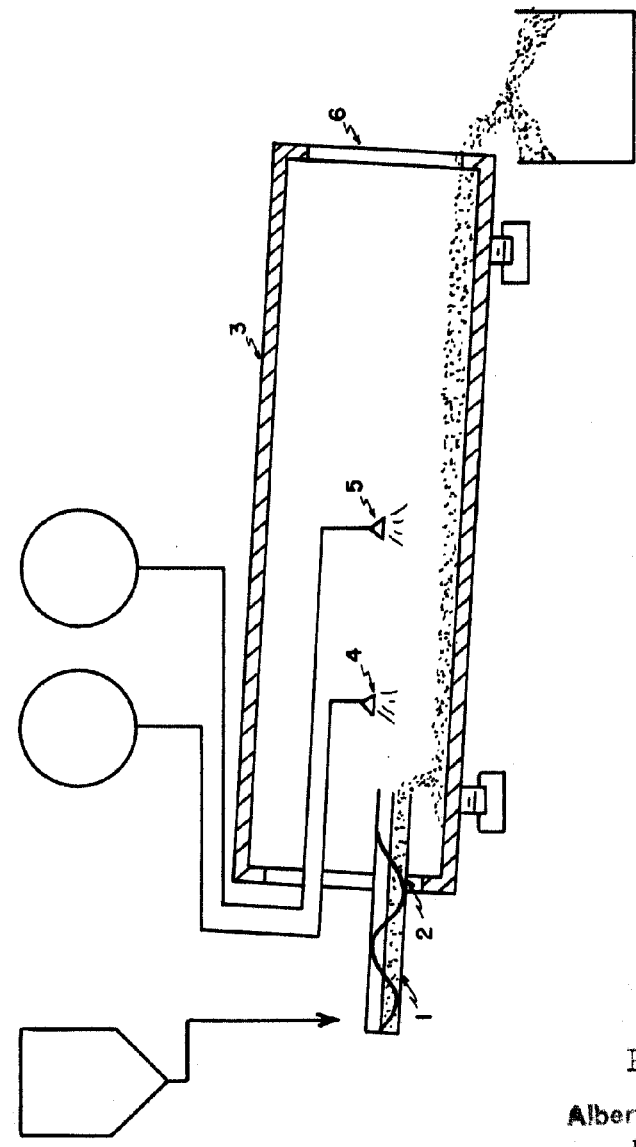
187952

ESCALA VARIABLE.- WYANDOTTE CHEMICALS CORPORATION.-

I/I.-



1949



187952

P. A.
 Alberto de Elizaburu
 Pot. Alder
[Handwritten signature]