

198800

14 JUL

PATENTE DE INVENCION



Br. 19407/50

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Perfeccionamientos en la fabricación de ésteres de
"celulosa".

198800

SOLICITANTES: COURTAULDS LIMITED,
residentes en 16, St.Martin's-le-Grand,
LONDRES, INGLATERRA.

Este invento se refiere a la fabricación de ésteres de celulosa.

- En la fabricación de ésteres secundarios de celulosa, por ejemplo acetato de celulosa, por el procedimiento normal de solución, es corriente someter el éster secundario de celulosa, precipitado y lavado, a un tratamiento de estabilización, con objeto de mejorar lo más posible la estabilidad térmica del éster. Un método conocido de estabilización consiste en calentar el éster con ácido mineral en solución acuosa.
- 5.
 - 10.



- Los productos de ésteres de celulosa así obtenidos, están generalmente tan decolorados que no se prestan al empleo para la obtención de artículos transparentes o de colores delicados, empleando las técnicas de moldeo corrientes, y por esta razón se ha propuesto blanquear el éster de celulosa, antes o después de su precipitación. En la memoria descriptiva de la patente francesa nº 915.740, se describe un procedimiento para blanquear acetato de celulosa durante su fabricación, tratando la solución del acetato secundario de celulosa con clorito de sodio. Se encuentran ejemplos de tratamiento de blanqueo después de la precipitación en la memoria de la patente norteamericana nº 1.948.517 que describe el tratamiento del derivado de celulosa precipitado, con una solución capaz de desprender cloro a temperaturas superiores a 50° C. y también en la memoria de la patente Estadounidense nº 2.135.980 en la que se describe el tratamiento del derivado de celulosa en estado sólido, con un líquido esencialmente constituido por peróxido de hidrógeno acuoso a la concentración de 0,2 a 5% para convertir el derivado en exento de color y secando luego el derivado blanqueado, sin lavar.
15. .
- 20.
- 25.
- 30.

- El objeto de este invento, es la producción de ésteres de celulosa de estabilidad térmica aumentada, adecuados para la fabricación de objetos moldeados de aspecto cristalino.
- 35.

- De acuerdo con este invento, un procedimiento para la fabricación de ésteres de celulosa de superior estabilidad térmica, comprende el estabilizar un éster
- 40.



secundario precipitado, por tratamiento con una solución acuosa diluida de un ácido mineral, a una temperatura no inferior a 70° C., con preferencia bajo presión, y simultáneamente con el tratamiento de estabilización, o

45. después de él, blanquear el éster de celulosa, por tratamiento a una temperatura no inferior a 70° C. con una solución acuosa de clorito sódico en presencia de ácido.

El ácido mineral preferido para llevar a cabo la estabilización, es el ácido sulfúrico. Resultan especialmente adecuadas, las soluciones acuosas que contiene de

50. 0,02 a 0,10% en peso de ácido sulfúrico.

La concentración preferida de clorito sódico en la operación de blanqueo, es de 0,1 a 2,5% en peso, con respecto al peso del éster de celulosa. Los tratamientos de

55. estabilización y blanqueo pueden llevarse a cabo convenientemente empleando pastas del éster de celulosa que contengan 10 partes en peso de líquido, por 1 parte en peso de sodio.

Cuando los tratamientos de estabilización y blanqueo se realizan simultáneamente, el ácido mineral añadido para

60. el tratamiento de estabilización sirve también para proporcionar el medio ácido para el clorito sódico. En este procedimiento de una sola etapa, la temperatura, con preferencia, se mantiene entre los límites de 125 a 150° C., efectuándose luego el tratamiento bajo presión. Cuando los tratamientos

65. de estabilización y blanqueo se aplican separadamente, la estabilización se lleva a cabo, con preferencia bajo presión, entre 125° C. y 150° C. como en el procedimiento de una sola etapa, y el blanqueo se realiza luego, con preferencia a la presión atmosférica, a una temperatura del orden de 70 a 100°

70. C. Los tratamientos separados de estabilización y blanqueo



se llevan a cabo convenientemente en la misma vasija, por ejemplo un depósito de presión.

Los ésteres de celulosa pueden prepararse partiendo de hilazas de algodón o de pulpa de madera.

75. La investigación ha demostrado que aunque el tratamiento del éster de celulosa antes de la precipitación sirve para eliminar el material decolorado entonces presente, el ulterior tratamiento de estabilización, por su parte, da lugar a nuevos productos decolorados. Se ha comprobado
80. que la etapa de blanquear los ésteres de celulosa con clorito sódico en condiciones ácidas, bien a la vez que se lleva a cabo el tratamiento de estabilización o después de éste, blanquea efectivamente los compuestos decolorados que se encuentran presentes en el éster antes de la precipitación,
85. y también los que se producen durante ella, de modo que los productos de éster de celulosa, al moldearse, dan lugar a artículos de transparencia cristalina y de estabilidad térmica superior.

- Este invento se aclara por los ejemplos siguientes en los que las partes y proporciones son en peso.

90. EJEMPLO 1 - Se lavaron con agua 400 partes de escamas o grumos de acetato de celulosa recién precipitado, hasta que el contenido de ácido acético del agua de lavado se redujo a 0,02% aproximadamente. Las escamas, suspendidas
95. en 10 veces su peso del líquido de lavado de ácido acético al 0,02% se pasó luego por medio de una bomba a un depósito de presión provisto de un agitador, y la temperatura del líquido se elevó a 90° C. por medio de vapor vivo. A continuación se cerró el depósito después de introducir 1 parte
100. de ácido sulfúrico (1,98 de densidad) y 2 partes de clorito

14 JUL



de sodio sólido. La pasta se calentó rápidamente a unos 140° C. y se sostuvo a esta temperatura durante media hora, agitándose energicamente la pasta. A continuación se soltó la presión y el producto se lavó con agua, secándose luego.

105. El producto, al moldearse por inyección proporcionó artículos de transparencia cristalina y excelente estabilidad térmica.

EJEMPLO 2 - Se preparó, como en el Ejemplo 1, y en un depósito de presión, una pasta de acetato de celulosa, pero en lugar de añadir ácido sulfúrico y clorito sódico se añadió solamente 1 parte de ácido sulfúrico. La pasta se calentó luego durante media hora a 140° C. como se describe en el Ejemplo anterior, y se soltó la presión. Se añadieron 2 partes de clorito sódico a la pasta caliente, que a

110. continuación se agitó durante media hora a 90-95° C.

115. El producto se lavó con agua y luego se secó.

El producto al moldearse por inyección, proporcionó artículos de transparencia cristalina y de excelente estabilidad térmica.

120.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 3 de agosto de 1950, n° 19.407, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se

125.

130.

14 JUL



solicita Patente de Invención, por 20 años en España:
"Perfeccionamientos en la fabricación de ésteres de celulosa";
caracterizándose por lo siguiente:

135. 1ª.= Perfeccionamientos en la fabricación de ésteres de celulosa, caracterizados por un procedimiento para la obtención de estos compuestos dotados de una estabilidad térmica superior y que comprende el estabilizar un éster secundario de celulosa precipitado, por tratamiento con una solución acuosa diluida de un ácido mineral a una temperatura no inferior a 70° C. y, simultáneamente con el tratamiento de estabilización, o después de él, blanquear el éster de celulosa por tratamiento, a una temperatura no inferior a 70° C., con una solución acuosa de clorito sódico en presencia de ácido.
140. 2ª.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizados porque el ácido mineral empleado para la estabilización es el ácido sulfúrico.
145. 3ª.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizados porque la solución acuosa de estabilización contiene de 0,02 a 0,10% en peso de ácido sulfúrico.
150. 4ª.= Perfeccionamientos, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la concentración de clorito sódico usada en la operación de blanqueo es de 0,1 a 2,5% en peso, con respecto al peso del éster de celulosa.
155. 5ª.= Perfeccionamientos, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque los tratamientos de estabilización y blanqueo se realizan simultáneamente bajo presión y a una temperatura del
- 160.

198800

- 7 -

14 JUL



orden de 125 a 150º C.

6º.= Perfeccionamientos según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizados por que el tratamiento de estabilización se realiza bajo presión a una temperatura comprendida entre los límites de 125 a 150º C. y el tratamiento de blanqueo se aplica luego a la presión atmosférica y a una temperatura del orden de 70 a 100º C.

165.

7º.= Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizados por aplicarse prácticamente tal como se ha descrito en los Ejemplos anteriores.

170.

8º.= Perfeccionamientos en la fabricación de ésteres de celulosa; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

175.

Madrid, 14 JUL 1951

COURTAULDS LIMITED.
P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODEI