

19 9851



1 99851

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Introducción

a favor de

la r.s. Phrix-Werke Aktiengesellschaft
de nacionalidad alemana

residente en

Hamburg 36 (Alemania) Esplanade 36a

por:

" PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CELULOSA PARA LA PRODUC-
CION ESPECIALMENTE DE SEDA ARTIFICIAL "

=====



La presente patente de introducción se refiere a un procedimiento para la obtención de celulosa para la producción especialmente de seda artificial.

5 Es sabido que la celulosa, especialmente la celulosa llamada noble adecuada para la producción de seda artificial se obtiene sometiendo el material de partida primeramente a un tratamiento, con ácido diluido, con preferencia a temperatura y presión elevada, e hirviendo después dicho material para convertirlo en celulosa, con preferencia después de un lavado intermedio. En el tratamiento ácido precedente se elimina del material de partida por disolución la porción importante de las pentosanas en forma de pentosas y por ello se eleva correspondientemente el contenido del material de partida en celulosa pura. También por este medio se logra obtener celulosa 10 con un contenido de celulosa alfa de 94% y más. Las disoluciones conteniendo pentosas obtenidas en la hidrólisis previa pueden luego elaborarse del modo conocido por fermentación con razas adecuadas de fermentos en productos fermentados o alcohol o también de modo muy ventajoso en furfuról, el cual se forma mediante ulterior tratamiento ácido y puede eliminarse de la 15 disolución por destilación con vapor de agua.

20 Para la hidrólisis previa se han propuesto los ácidos diluidos más diversos, como ácidos sulfuroso, ácido sulfúrico ó ácido clorhídrico, con o sin aditamento salino en concentraciones de unas 0'5 hasta 2'5 % y más. La cocción inmediata del material de partida previamente hidrolizado se efectúa luego preferentemente con una lejía alcalina, o sea según el 25 método conocido a la sosa cáustica o al sulfato.



El método explicado ha dado muy buenos resultados especialmente para la elaboración de plantas anuales, como paja, cañas, bagazos, cañas de azúcar, ramajes de patatas y sustancias análogas.

5 Con estos materiales de partida ofrece considerables dificultades en la industria la impregnación uniforme de los mismos con el ácido hidrolizador. La mayor parte de las plantas anuales, especialmente la paja poseen en su superficie una capa de cera que ofrece gran resistencia a la penetración del ácido hidrolizador en el material. A consecuencia del carácter embarazoso de estos materiales de partida se requieren además considerables excesos del líquido hidrolizador para la impregnación, con los cuales luego las pentosas obtenidas en la hidrólisis se obtienen en concentración pequeñísima, lo que 10 dificulta su elaboración y por ejemplo al tratarse de la destilación del fufurool lleva consigo un consumo considerable de vapor. Sin embargo en la práctica no es posible rebajar la cantidad de líquido hidrolizador, necesaria para la impregnación de los materiales de partida, por bajo de 8 a 9 veces la cantidad de material de partida empleado conteniendo celulosa, pues 20 de lo contrario no se logra impregnar dicho material con suficiente uniformidad.

Ahora bien, mediante ensayos detenidos se ha comprobado que las grandes cantidades de líquido necesarias para la impregnación del material de partida no son en absoluto necesarias para la hidrólisis propiamente tal del material. Para practicar la hidrólisis bastan cantidades de líquidos de 25 unas 4 a 5 veces el material celulosico de partida, pudiendo



5 dado el caso incluso reducirse más esta cantidad. Según esto en el método del invento se trabaja de modo que el material de partida, por ejemplo paja cortada, se impregne con el ácido hidrolizador en una relación de 1:8 a 1:10 y precisamente esta
10 impregnación se realiza del mejor modo en la misma caldera destinada a las subsiguientes hidrólisis y la cual para poder vaciar más fácilmente el material completamente tratado, es lo mejor construirla como caldera giratoria. El exceso de ácido existente después de impregnado el material de partida se eva-
15 cua, ajustándose en general espontáneamente una relación entre el material de partida y el líquido hidrolizador de 1:4 a 1:5. Para este objeto el depósito de cocción empleado se provee preferentemente de un tamiz de goteo o de un dispositivo análogo, que permite la evacuación del ácido hidrolizador en exceso y
20 dado el caso después de efectuada la impregnación radical del material celulósico de partida, este se exprime aplicando una ligera presión hasta la relación reconocida por conveniente del líquido de 1:4 hasta 1:5. Luego se cierra el depósito y se realiza la hidrólisis previa como de ordinario a temperaturas preferentemente algo superiores a 100° y a las correspondientes presiones durante una o varias horas.

25 Este procedimiento ofrece la ventaja especial de que se logra con seguridad una impregnación completa de todo el material celulósico de partida, realizándose la hidrólisis previa sin embargo con una relación de líquido esencialmente menor, lo que conduce a un ahorro considerable de vapor. De este modo se logran concentraciones más elevadas en pentosas en el hidrolizado y consiguientemente otras economías en vapor.



5 al elaborar este hidrolizado, especialmente en la producción de furfurool. La celulosa producida de este modo posee propiedades excelentes. Empleando la relación descrita de hidrolizador se reduce a un mínimo la pérdida de sustancias celulósicas en la hidrólisis, mientras que por otro lado se logra eliminar al máximo por disolución las pentosas y otras sustancias no celulósicas.

10 Como también se ha demostrado puede acelerarse considerablemente la impregnación completa del material de partida, especialmente de las plantas anuales, por el hecho de que el líquido hidrolizador se aplica en estado caliente sobre el material celulósico de partida. Para esto se ha demostrado ser convenientes temperaturas de unos 70°. Empleando estas temperaturas más altas de impregnación puede acortarse a media hora 15 la impregnación que en otro caso dura de 14 a 15 horas. El caldeo previo del líquido impregnador, que puede realizarse fácilmente en la industria por el calor de escape de los grupos de contracorriente, ofrece la ulterior ventaja de que en la cocción subsiguiente se economiza también en alto grado en tiempo de 20 caldeo y en vapor de cocción.

25 Se ha demostrado ser muy conveniente el hacer actuar sobre el material de partida el líquido impregnador al mismo tiempo que se evacua el primero. Dicho líquido puede aspirarse en el depósito de cocción gracias al vacío producido en el mismo. Con esta evacuación precedente y subsiguiente impregnación del material con líquido hidrolizador caliente puede asegurarse una impregnación completa y uniforme del material ya dentro del tiempo necesario para introducir el líquido en el depósito.



Ejemplo:

100 kgs. de paja cortada seca se colocan en una caldera giratoria horizontal con un vacío hasta una presión del aire de 17 mm. Hg. En este recipiente con auxilio del vacío se aspiran 850 kgs. de un ácido sulfúrico al 0'5 % calentado a 70°. Después de suprimir el vacío se deja escapar a gotas de la caldera el ácido sulfúrico en exceso, con lo que escapan de dicha caldera unos 400 kgs. de ácido. Luego se cierra la caldera y la mezcla se hierve durante 3 a 4 horas a una temperatura de 130° y a la presión correspondiente, que se ajusta a unas 1,5 at sobre la exterior. Como demuestra el análisis, después de este tiempo se separan por disolución unos 80% de las pentosas contenidas en el material de partida.

La celulosa completamente hidrolizada del modo descrito se evacua de la caldera y dado el caso después de un lavado intermedio se acaba de cocer del modo conocido con una lejía conteniendo hidróxido sódico, sulfuro sódico y sulfato sódico. Pero también puede acabarse de cocer la celulosa por el método conocido al sulfito. En este caso sobra dado el caso el lavado intermedio, que puede suprimirse especialmente cuando la hidrólisis previa se haya realizado con una disolución de ácido sulfuroso.

El método descrito ofrece la ventaja especial de que para mezclar con el ácido el material celulósico de partida no se requieren hélices ni otros dispositivos mezcladores. La impregnación del material con el ácido se efectúa en tiempo brevísimo de suerte que en cierto modo en trabajo continuo se puede empezar inmediatamente con la cocción después



de la impregnación y de evacuar el ácido hidrolizador en ex-
so.

5 Las celulosas obtenidas presentan un contenido
en goma de madera de solo unos 2,5%, que incluso en muchos
casos puede todavía reducirse y esto con un contenido de celu-
losa alfa de 94% y superior y por lo mismo se prestan de modo
excelente para la producción especialmente de seda artificial.

10 Aunque el nuevo procedimiento ofrece especiales
ventajas para plantas anuales, puede tambien emplearse con igual
éxito para otros materiales de partida celulósicos, como viru-
tas, serrin y similares, y esto independientemente de que se
trate de madera de fronda o de coníferas de chopo, haya, pino,
abeto o similares.

=====
=====
=====
=====



E. O. C.

N O T A

La presente patente de introducción comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la obtención de celulosa para la producción especialmente de seda artificial por tratamiento del material de partida con ácido diluido e inmediata
10 cocción, caracterizado porque el material de partida se impregna en la misma caldera con un exceso considerable (por ejemplo con la cantidad de 8 a 10 veces) de un ácido diluido adecuado para la hidrólisis, y después de la impregnación se evacua por goteo el líquido hidrolizador hasta próximamente 4 a 5 veces la cantidad de material celulósico de partida y luego se realiza la hidrólisis previa como de ordinario a temperaturas de 100° y superiores.

15 2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la impregnación del material celulósico de partida se efectúa con una disolución hidrolizadora previamente calentada.

20 3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque el material de partida que se ha de impregnar, se pone bajo vacío y la disolución impregnadora se aspira al depósito correspondiente con auxilio del vacío.

4.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 3, caracterizado porque como material de partida se emplean plantas anuales por ejemplo, paja.

25 5.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 4, caracterizado porque el material de partida previamente hidrolizado se acaba de cocer preferentemente después de un lavado intermedio, por vía alcalina.



6.- " Procedimiento para la obtención de celulosa para la producción especialmente de seda artificial ".

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

5

Consta la presente memoria de ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 4 de Octubre de 1951.