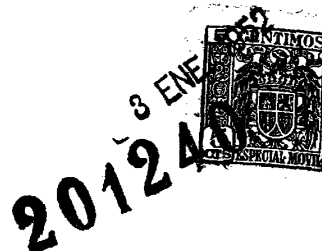


20 1 2 4 0

PATENTE DE INVENCION

Br.320/51.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de obtención de triésteres de celulosa"

=====

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

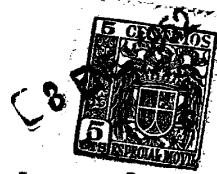
=====

Este invento se refiere a la obtención de triésteres de celulosa.

Es sabido (ver por ejemplo la Memoria de la Patente Inglesa nº 280.493), que la celulosa en forma fibrosa puede esterificarse, conservando empero su estructura fibrosa, tratando las fibras con una solución esterificante que comprende un anhídrido graso, un catalizador de esterificación y una mezcla disolvente inerte, o sea un disolvente o mezcla disolvente miscible con el anhídrido y el catalizador, pero que no disuelva la celulosa ni su triéster.

5.

10.



Se ha propuesto tambien, por ejemplo en la memoria de la patente francesa nº 929.968, obtener esteres de celulosa en forma fibrosa, tratando una masa de celulosa, estacionaria o en reposo, con un líquido esterificante que se hace pasar a través de la masa mencionada.

15.

La celulosa hasta ahora empleada en el proceso de esterificación fibrosa empleando una capa o lecho de aquella en reposo, ha sido generalmente del tipo de pulpa de madera suelta o de borra o desperdicio de algodón. Estas formas de celulosa, después de activación, por ejemplo con un ácido graso

20.

tienen estructuras sueltas y desintegradas que presentan una gran resistencia a la circulación del líquido de esterificación; consiguientemente existe una profundidad máxima de la capa o lecho, más allá de la cual es difícil de mantener el grado de circulación de líquido necesario, y como resultado es difícil tambien controlar el calor de reacción, especialmente en las primeras etapas. Además de la reacción principal de acetilación, se cree que existe una reacción secundaria, simultánea, exotérmica, en la que el agua que se encuentra presente en forma de humedad en la celulosa, reacciona con el anhídrido del ácido presente en el líquido esterificante.

25.

Si la profundidad de la capa de celulosa es excesiva, la reacción de acetilación empieza antes de terminar la reacción agua/anhídrido y, consiguientemente es difícil eliminar el calor desprendido, y se obtienen productos de baja calidad y de viscoaidad y homogeneidad variables.

30.

En la memoria de la patente norteamericana Nº 2.087.036, se ha propuesto esterificar celulosa en forma de hojas continuas, pero este tipo de celulosa es inadecuado para emplearse como lecho fijo, ya que el líquido de esterificación tiende a circular alrededor de los bordes de las planchas u hojas,

35.

40.



mas que a través de las mismas y por consiguiente, la acetilación es irregular.

45. El objeto de este invento es el esterificar económicamente capas estáticas o fijas de celulosa en masas mayores que las empleadas con anterioridad.

50. De acuerdo con este invento, en un proceso para la obtención de triésteres de celulosa haciendo pasar un líquido esterificante que contenga un anhídrido de ácido graso, un catalizador de esterificación y un disolvente o mezcla disolvente inerte, a través de una capa de celulosa en reposo, en condiciones tales que se conserve la forma fibrosa del material celulósico, la celulosa se utiliza en forma de virutas de pulpa de madera prácticamente planas, es decir, pedazos cuadrados o rectangulares de hojas de 55. pulpa de madera, de un espesor comprendido entre 0,05 y 0,20 cm., una longitud y un espesor no superiores a 9 cm. y una densidad en masa del orden de 0,3 a 0,8 gm./cm<sup>3</sup>. Las virutas con preferencia tienen un espesor comprendido entre 0,07 60. y 0,12 cm. y una densidad másica de 0,4 a 0,5 gm/cm<sup>3</sup>. La denominación "densidad másica o en masa" se emplea en esta memoria para indicar el peso en gramos de 1 centímetro cúbico de la hoja o capa de pulpa de madera.

65. Con preferencia, las virutas de pulpa de madera se tratan previamente con el ácido graso adecuado, antes o después de preparar en el reactor la capa de celulosa. El tratamiento previo se realiza preferentemente empapando las virutas en ácido acético glacial y retirando luego el exceso de ácido por escurrido; las virutas corrientes previamente tratadas contienen alrededor de 2 partes en peso 70. de ácido, por 1 parte en peso de virutas. La pulpa de madera suelta y la borra o desperdicios de algodón, precisan



- la presión de centrifugación con objeto de eliminar el ácido en exceso, pero estos procedimientos son innecesarios utilizando pulpa de madera; el escurrido es suficiente para dejar en las virutas la cantidad precisa de ácido.
75. Las virutas de pulpa de madera, tal como se usan en este invento, tienen una densidad másica superior a la de la pulpa de madera suelta y al desperdicio de algodón y, consiguientemente, un reactor dado puede alojar más material celulósico en forma de virutas de pulpa de madera; además, la resistencia a la circulación que ofrecen las virutas es menor, y por tanto puede usarse una capa en reposo más gruesa o una instalación mayor. Las virutas son tan químicamente reactivas como las demás formas de celulosa, pero a causa de su forma física, el líquido tarda más en penetrar en aquellas, el calor de reacción se desprende más lentamente y el control térmico se simplifica, de modo correspondiente. El efecto de las virutas de pulpa de madera en el aumento del tamaño de las masas en una instalación, puede aclararse con referencia a reactores específicos. Con un reactor de un metro de profundidad y con un volumen de 67 litros, pueden acetilarse satisfactoriamente virutas de pulpa de madera cuando se envasan en la proporción de 0,135 Kg/litro, mientras que la pulpa de madera suelta o abierta puede solo envasarse, como máximo, en la proporción de 0,67 kg/litro y los desperdicios de algodón en la cantidad máxima de 0,09 kg/litro, para obtener una acetilación satisfactoria. Con un reactor de un metro de profundidad y con un volumen aproximado de 2,400 litros, pueden acetilarse satisfactoriamente las virutas de pulpa de madera envasadas a razón de 0,157 kg/litro.
- 80.
- 85.
- 90.
- 95.
- 100.



Este invento se aclara por el siguiente ejemplo en el que las partes y porcentajes son en peso.

105. EJEMPLO 1.

- Se cortó en pedazos que medían aproximadamente 2,5 x 1,2 cm. una parte de virutas de pulpa de madera (densidad másica 0,48) que contenía aproximadamente el 7% de humedad. Las virutas obtenidas se empaparon durante 8 horas en 7 partes de ácido acético glacial a 35° C. y después de retirarlas del ácido, las virutas se dejaron escurrir de tal modo que solo conservaban aproximadamente el doble de su peso de ácido. Las virutas previamente tratadas fueron envasadas luego al azar en un reactor de un metro de profundidad en el que, por medio de una bomba, se hizo pasar, con una velocidad lineal de 30 cm/minuto, un líquido de acetilación que contenía 4,5 partes de anhídrido acético (95%), 25 partes de tetracloruro de carbono 0,003 parte de ácido perclórico al 60% y 0,022 parte de ácido sulfúrico. Al empezar, la temperatura era de 20° C. y, después de 90 minutos, había ascendido a 35° C., ésta se conservó durante 210 minutos. Al cabo de este tiempo, se interrumpió la acetilación añadiendo acetato sódico suficiente para neutralizar los catalizadores ácidos. El producto fibroso se calentó a continuación y se lavó en el reactor, secándose finalmente.

- El producto era un triacetato de celulosa fibroso con un 62,1% de contenido de acetilo calculado al estado de ácido acético; se disolvía en una mezcla de 9 partes de cloruro de metileno y 1 parte de alcohol etílico, para formar una solución clara exenta de fibras adecuada para transformar en fibras, por filatura, o para preparar películas.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, asi como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse
135. constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. Tambien se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 4 de enero de 1951, nº 320/51, acogándose, por lo
140. 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 solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento de obtención de triésteres de celulosa"; caracterizándose por lo siguiente:
145. 1º.- Procedimiento de obtención de triésteres de celulosa, caracterizado por hacerse pasar un líquido esterificante que contiene un anhídrido de ácido graso, un catalizador de esterificación y un disolvente o una mezcla disolvente inerte, a través de una capa de celulosa en reposo, en condiciones tales que se conserve la forma fibrosa del material
150. celulósico, y porque la celulosa se emplea en estado de virutas o pedacitos de pulpa de madera, prácticamente planas, cuadradas o rectangulares, de un espesor comprendido entre 0,05 y 0,20 cm., de una longitud y una anchura no superior a 9 cm. y de
- 155 una densidad másica del orden de 0,3 a 0,8 gramos por centímetro cúbico.
- 2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el espesor de las virutas está comprendido entre 0,07 y 0,12 cm.
160. 3º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª o 2ª, caracterizado porque la densidad



másica de las virutas está comprendida entre 0,4 y 0,5 gramos por centímetro cúbico.

165. 4<sup>a</sup>.= Procedimiento según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las virutas de pulpa de madera se tratan previamente con el ácido graso apropiado, empapándolas con él y luego eliminando por escurrido el exceso del mismo.

170. 5<sup>a</sup>.= Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el anhídrido de ácido graso empleado es el anhídrido acético.

175. 6<sup>a</sup>.= Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por aplicarse prácticamente tal como antes de describió en el Ejemplo anterior.

7<sup>a</sup>.= Procedimiento de obtención de triésteres de celulosa; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

3 ENE. 1952

COURTAULDS LIMITED.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET