



PATENTE DE INVENCION

por veinte años, en España, a favor de D. Antonio SOLER MARTINEZ y D. Joaquín MORENO CLAVEL, domiciliados en Murcia, por:

"PROCEDIMIENTO CON SU COMPLEMENTO DE AUTOCLAVE DE HIDROLISIS PARA SACARIFICACION DE MATERIALES CELULOSICOS".

- . -

Se refiere a un nuevo procedimiento para la hidrolisis de materiales celulósicos de origen vegetal; serrín procedente de maderas, pajas de cereales, cañas de plantas arbóreas (como caña común) maiz, caña de azúcar, una vez separada la sacarosa que contiene, 5.- mazorcas de maíz, cáscaras de semillas vegetales, leguminosas y cereales y residuos de fibras vegetales en general excepto de esparto.

Es conocido que la celulosa polisacárido de caracter macromolecular y de fórmula empírica

10.-



y las pentosanas, derivadas de las pentosas (xilosa, lixosa y arabinosa) de fórmula empírica



15.- producen por hidrólisis en medio ácido los respectivos monosacáridos: glucosa, la primera y pentosas las segundas.

Para esta hidrólisis se han propuesto diferentes métodos.

Nosotros solicitamos privilegio de explotación exclusiva para un nuevo método que por sus ventajas creemos superior a las demás.

20.- DESCRIPCION. El método que se reclama consiste en el tratamiento



material celulósico fragmentado con ácido clorhídrico gas exclusivamente, a la temperatura ordinaria y bajo condiciones de presión comprendidas entre dos y doce atmósferas, recuperando el gas de la masa celulósica por extracción a presión reducida.

25.- Este método se diferencia de los demás que utilizan ácido clorhídrico:

1º.- Por la exclusión total del empleo de ácido clorhídrico acuoso durante el proceso de ataque del material celulósico.

2º.- Por el empleo de una mínima cantidad de ácido clorhídrico

30.- 3º.- Por el empleo de presiones superiores a la ordinaria en la vasija de ataque.

4º.- Por la recuperación del ácido clorhídrico mediante métodos físicos a la temperatura ordinaria.

FASES DEL PROCESO.

35.- 1º.- Preparación del material celulósico.

2º.- Ataque del material celulósico.

3º.- Recuperación del ácido clorhídrico gas.

4º.- Hidrolisis de las dextrinas resultantes en la fase segunda hasta disolución de monosacáridos.

40.- 5.- Separación de la lignina.

6º.- Aprovechamiento de los jugos azucarados y de la lignina.

Las fases 4º, 5º y 6º son de dominio corriente por lo que no se intentan incluir en el contenido de la patente que se solicita.

Fase 1º.

45.- Consta: a) Troceado del material, si no se encuentra en el tamaño adecuado.

b) Extracción con disolventes orgánicos; benceno o benzol, tolueno o toluol, gasolina ligera, lignina, éter de petróleo, éter sulfúrico (etano-oxi-etano), acetatos de etilo, metilo, propilo e isopropilo, trichloroetileno y otros disolventes clorados.

50.- Esta extracción separa ceras, esteroides, gomas, ácidos re-



sínicos, terpenos y terpenoides que posteriormente se someten a procesos de separación y purificación conocidos en la técnica corriente.

55.-

Fase 2ª. Ataque.

Del material resultante del proceso de extracción anterior, se elimina el residuo que queda de los disolventes con corriente de vapor de agua. Se deja enfriar y pasa al autoclave de hidrólisis este puede ser de hierro emplomado o revestido de cloruro de polivinilo u otra resina sintética. Como las condiciones de ataque son suaves: ácido clorhídrico gas y temperatura ordinaria, no son precisos materiales de precio elevado.

60.-

Se introduce en dicho autoclave ácido clorhídrico gas comprimido a una presión comprendida entre dos y doce atmósferas; según la velocidad con que se desee conseguir la sacarificación.

65.-

Fase 3ª.

Una vez conseguido el ataque se extrae el ácido clorhídrico gas con la misma bomba de compresión actuando en sentido inverso. El ácido clorhídrico se hace pasar a un gasómetro o depósito de gas, quedando de esta manera en condiciones de actuar en una nueva operación.

70.-

Fase 4ª.

Mediante apertura del autoclave se hace pasar el material a una caldera añadiéndole la cantidad conveniente de agua y se somete a un calentamiento mediante vapor directo o indirecto durante treinta a sesenta minutos.

75.-

Fase 5ª.

Por filtración y lavado en filtro-prensa se separa la disolución azucarada de la lignina sin alterar. El jugo se purifica de furfural u otras sustancias que perturban la fermentación del azúcar por uno de los métodos ya conocidos.

80.-

Aparato.

La vasija de reacción consiste en un autoclave cilíndrico de



85.- chapa de hierro emplomado o revestida por una resina sintética resistente al ácido clorhídrico gas y cuyas paredes son adecuadas para resistir las máximas presiones de trabajo. Se cierra por las tapas superior e inferior para facilitar la carga y descarga.

Interiormente, según se observa en el croquis adjunto, tiene
90.- una serie de tubos colocados verticalmente, abiertos por sus dos extremos y protegidos en el superior, por un sombrerete o tejadillo de la entrada de material celulósico, a lo largo de ellos llevan una serie de orificios distribuidos según una espiral, cada uno de los cuales se protege por un pequeño saliente o cornisa de la entrada de material pulverulento, sin que se obstruya el paso del ácido clorhídrico gas. Además el autoclave vá provisto de válvula de seguridad y de manómetro.
95.-

VENTAJAS.

El proceso cuyas fases se detallan en los párrafos anteriores, particularmente las fases segunda y tercera que constituyen lo esencial y específico de esta patente, presenta una serie de ventajas de tipo técnico entre las cuales destacaremos:
100.-

1ª.- Menor volúmen de instalación, tanto en el total de la misma, como en la vasija de ataque, al no precisarse separación ni
105.- utilización de ning'un tipo de líquido ácido.

2ª.- Ahorro de ácido clorhídrico que prácticamente se recupera en casi su totalidad.

3ª.- Menor envejecimiento de los aparatos al no precisarse temperaturas elevadas y por el empleo exclusivo de ácido clorhídrico gas.
110.-

4ª.- Menor número de obreros en el control y marcha de los aparatos.

5ª.- Menor consumo de compuesto básico para la neutralización del ácido que acompaña a la disolución azucarada, previamente a la
115.- fermentación.

6ª.- Una carbonización casi inapreciable frente a la muy in-



otros métodos.

204889

120.- 7^a.- No se observa formación importante de furfural, con la correspondiente pérdida de pentosas y eliminación de las pequeñas cantidades formadas en el proceso de hidrólisis de las dextrinas.

125.- 8^a.- No es preciso concentrar el líquido azucarado ya que por la pequeña proporción de ácido retenido por el material celulósico basta una pequeña cantidad de agua y el calentamiento con vapor seco para provocar el desdoblamiento de la celedextrina y puede conseguirse la disolución a fermentar directamente a la concentración deseada.

REIVINDICACIONES.

130.- 1^a.- "PROCEDIMIENTO CON SU COMPLEMENTO DE AUTOCLAVE DE HIDROLISIS PARA SACARIFICACION DE MATERIALES CELULOSICOS", como serrín procedente de maderas, pajas de cereales, cañas de plantas arbóreas, como caña común, maíz, caña de azúcar, una vez separada la sacarosa que contiene, mazorcas de maíz, cáscaras de semillas de cereales y leguminosas y residuos de fibras vegetales en general, excepto de esparto, caracterizado porque el material celulósico a

135.- tratar es fragmentado con ClH gas exclusivamente, a la temperatura ordinaria y bajo condiciones de presión comprendidas entre dos y doce atmósferas, recuperando el gas de la masa celulósica por extracción a presión reducida.

140.- 2^a.- Por el procedimiento de la anterior reivindicación caracterizado porque troceado el material en tamaño aparente se efectúa la extracción con disolventes orgánicos: benceno o benzol, tolueno o toluol, gasolina ligera, ligroína, éter de petróleo, éter sulfúrico (etano-xi-etano), acetatos de etile, metilo, propilo e isopropilo, tricloroetileno y otros disolventes clorados. Esta

145.- extracción separa ceras, esteroides, gomas, ácidos resínicos, terpenos y terpenoides que posteriormente se someten a procesos corrientes de separación y purificación. De este material resultan-



150.- te se elimina el residuo que quede de éstos, con corriente de vapor de agua; se deja enfriar y pasa al autoclave de hidrólisis característico. En dicho autoclave se introduce al efecto, ácido clorhídrico gas comprimido a una presión comprendida entre dos y doce atmósferas; según la velocidad con que se desee conseguir la sacarificación.

155.- 3^a.- Por el procedimiento de las precedentes reivindicaciones caracterizado porque el autoclave, conjunto del procedimiento, consiste en una vasija de reacción, emplomado o protegida por una resina sintética resistente el ácido clorhídrico gas y cuyas paredes son adecuadas para resistir las máximas presiones de trabajo. Se cierra por las tapas superior e inferior e interiormente lleva
160.- una serie de tubos colocados verticalmente, abiertos por sus dos extremos y protegidos en el superior por un sombrerete o tejadillo; a lo largo de ellos llevan una serie de orificios distribuidos según una espiral, cada uno de los cuales va protegido a su vez por un pequeño saliente o cornisa, a fin de que no se obstruya el paso del ácido clorhídrico gas. Asimismo va provisto de válvula de seguridad y del consiguiente manómetro.
165.-

170.- 4^a.- Por el procedimiento de las anteriores reivindicaciones caracterizado porque una vez conseguido el ataque se extrae el ácido clorhídrico gas con la misma bomba de compresión actuando en sentido inverso. El ácido clorhídrico se hace pasar a un gasómetro o depósito de gas, quedando de esta forma en condiciones de actuar en una nueva operación.

175.- 5^a.- Por el procedimiento de las reivindicaciones antedichas caracterizado porque mediante apertura del autoclave se hace pasar el material a una caldera añadiéndole la cantidad conveniente de agua y se somete a un calentamiento mediante vapor directo e indirecto durante treinta a sesenta minutos. Posteriormente por filtración y lavado en filtro-prensa se separa la disolución azucarada de la lignina sin alterar. El jugo se purifica por cualquier

204889

- 7 -



180.- medio conocido de furfural u otra substancia perturbadora para la fermentación del azúcar.

6ª.- "PROCEDIMIENTO CON SU COMPLEMENTO DE AUTOCLAVE DE HIDROLISIS PARA SACARIFICACION DE MATERIALES CELULOSICOS".

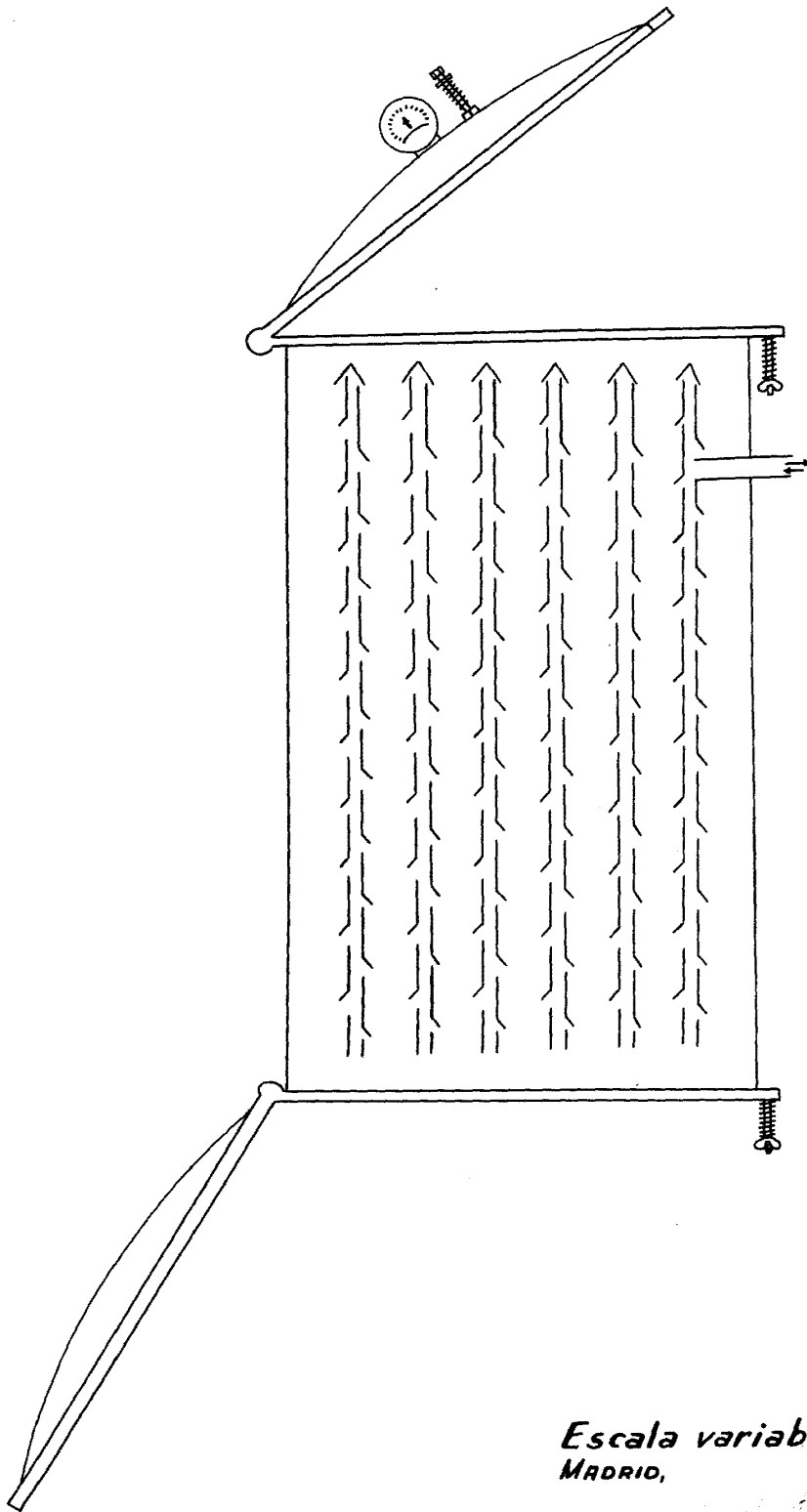
Consta la presente memoria de siete hojas foliadas y mecanografiadas por una sólo cara.

Madrid, 6 de agosto de 1.952.

[Handwritten signature]
[Handwritten signature]

204889

Hoja única



Escala variable
MADRID,