

OE/47
207142



Memoria Descriptiva

para

una patente de INVENCIÓN, por veinte años,

a favor de

Inventa A.G. für Forschung und Patentverwertung
(sociedad suiza)

residente en

Zurich (Suiza)

Talacker, 16

por:

" Procedimiento para el ataque y disgregación
de lignina y del material que la contiene "



INE. 1955

207142

5 El ataque de la lignina y materiales que la contienen, especialmente la lignina Scholler y las lejías de desecho de la celulosa al sulfito, mediante hidrogenación a presión, con hidrógeno, a temperaturas elevadas en presencia de catalizadores adecuados, se ha descrito ya muchas veces. Como catalizadores adecuados se emplean los metales níquel, cobalto, cobre, paladio y platino en estado reducido con o sin vehículo, o en estado de sus óxidos, hidróxidos o carbonatos. Los hidróxidos o carbonatos de níquel o cobalto se prestan también como catalizadores cuando se los precipita de las disoluciones de sus nitratos mediante disoluciones alcalinas o de carbonatos, directamente sobre la lignina que se ha de hidrogenar.

10

15 Se conocen también métodos que hidrogenan la lignina o las sustancias que la contienen con auxilio de catalizadores oxídicos, como óxido cuprocromico o de mezclas de óxido cuprocromico con óxido magnésico o bórico. También es conocido el empleo de catalizadores sulfídicos, como sulfuro de cobre, sulfuro de cobalto, sulfuro de níquel, sulfuro de hierro, sulfuro de molibdeno y sulfuro de volfram.

20 Ahora bien, se ha descubierto que tanto para la hidrogenación de lignina como también para las lejías de desecho de la celulosa al sulfito, puede emplearse ventajosamente como catalizador el óxido cobaltocromico en lugar del óxido cuprocromico. Esto puede realizarse por los métodos conocidos de modo análogo al óxido cuprocromico, precipitándose en una disolución de nitrato de cobalto por adición de disolución de cromato amónico, primeramente el cromato de cobalto amonio

25



1952

207142

que se seca y luego a 300-350° se transforma en el óxido cobaltocromico. Esta preparación es sin embargo complicada, muy larga y difícil de reproducir. Se ha descubierto que puede evitarse la preparación separada del catalizador, precipitando cromato de cobalto sobre la lignina y sometiendo a la hidrolisis e hidrogenación el material así preparado.

Por ejemplo 400 g de lignina finamente pulverizada con un contenido de agua de 35 %, se agitan con 1200 cm³ de una disolución acuosa de 67 g de nitrato de cobalto cristalizado. En esta mezcla, dejando llegar lentamente 65 g de cromato potásico disueltos en 200 cm³ de agua, se precipita sobre la lignina el cromato de cobalto a 70-80° y agitando. Después de separar por aspiración, lavar con agua y secar suavemente al aire, la lignina así preparada se hidrogena en presencia de agua a temperaturas superiores a 280°, preferentemente a 320-340°, y a presiones superiores a 350 at., preferentemente a 400-700 at.

El catalizador de cobaltocromato producido por precipitación sobre la lignina, posee, frente al óxido cuprocromico, la ventaja de que se obtiene el mismo efecto con cantidades de catalizador esencialmente menores. Comparativamente, para 100 partes de lignina anhidra se necesitan 10 a 15 partes de cobaltocromato, correspondientes a 5-5 partes de Co, frente a 20 partes de óxido cuprocromico, correspondientes a 8 partes de Cu, para obtener de la lignina la misma cantidad en productos destilables.

Por el procedimiento de hidrogenación de la lignina según el invento se transforma el 98 % de la lignina. Juntamente con agua de la reacción y gas, se obtienen 72 %



207142

de productos solubles en éter, de los que el 48 % puede destilarse a 2 mm Hg. El destilado se compone en el 75 % de fenoles, que constituyen el 36 % con referencia a la lignina. Los fenoles están en 35 % próximamente constituidos por pirocatequina.

Para la hidrogenación de lejía de desecho de celulosa al sulfito que contiene la lignina disuelta como ligninosulfonato de cal, se emplea como catalizador el cobaltocromato, preferentemente de modo que el cromato se precipite sobre los vehículos conocidos, como tierra de infusorios o carbón activo y similares, y en este estado se mezclen con la lejía al sulfito que se ha de hidrogenar. Pero con preferencia puede emplearse también como vehículo la lignina Scholler, que se impregna de cobaltocromato por el método ya descrito anteriormente. Por ejemplo 1080 partes en peso de lejía al sulfito que contienen 146 partes de sustancia de lignina, se mezclan con 64 partes de lignina Scholler, sobre la cual se ha precipitado anteriormente 43 partes de cobaltocromato. Esta mezcla se hidrogena luego a 320° y 400 at., de presión en el hidrógeno.

Ejemplos

1.º - En una autoclave de agitador de 2 litros se suspenden 300 g de lignina Scholler, conteniendo 130 g de agua y 17 g de cobaltocromato en 800 cm³ de agua, y durante 6 horas y media se mantienen a 320° con una presión en el hidrógeno de 400 at. Se obtienen 110 g., de productos solubles en éter, de los que 74 g pueden destilarse a 2 mm Hg. El destilado contiene 56 g de fenoles.



1958

207142

2.º - 1086 g de lignina Scholler con un contenido de agua de 58 % y un contenido de cobaltocromato de 58 g se calientan a 320° durante 6 horas y media, a una presión en el hidrógeno de 700 at., en un auto-clave de agitador de 5 litros de cabida, juntamente con 1200 cm³ de agua. Del producto precipitado de la reacción se obtienen por destilación a 5 mm Hg, unos 130 g de aceite que en su 79 % se compone de fenoles.

3.º - 500 g de lignina Scholler con 50 % de agua y 32 g de cobaltocromato se mantienen durante 6 horas a 340° en un autoclave de agitador de 3 litros bajo una presión de 400 at., en el hidrógeno. Se obtienen 107 g de productos destilables, de los que 75 g son de naturaleza fenólica.

4.º - En un autoclave de agitador de 2 litros se calientan a 320° durante 6 horas con una presión de 400 at., en el hidrógeno, 1000 cm³ de lejía de desecho al sulfito neutralizada con sosa caustica y que contiene 146 g de sustancia de lignina, juntamente con 64 g de lignina Scholler (seca) como vehículo de 43 g de cobaltocromato como catalizador. Después de enfriar se obtiene una masa alquitranosa juntamente con una disolución clara transparente como el agua. El producto alquitranoso de la reacción se separa del catalizador por disolución en acetona y por filtración o centrifugación. Después de expulsar el disolvente, se obtiene por destilación a una presión de 30 mm Hg, unos 66 g de un destilado



207142

que pasa entre 70° y 260° y que se compone aproximadamente en el 50 % de fenoles. De la disolución acuosa se obtienen por extracción con éter, 10 g de porciones destilables. Por consiguiente el rendimiento total en productos destilables es de 76 g, correspondientes al 36 % de la lignina total introducida.

5° - Una mezcla de 2500 cm³ de lejía de desecho al sulfito y 406 g de una lignina Scholler impregnada con 119 g de cobaltocromato, conteniendo en total 538 g de sustancia de lignina (seca), se calienta a 340° durante 4 horas bajo una presión en el hidrógeno de 700 at., en un autoclave de agitador de 5 litros de cabida. Del producto de la reacción se obtienen 175 g de porciones destilables (1 mm Hg), que en número redondos se componen en el 50 %, de fenoles.

5

10

15



1953

207142

N O T A

La presente patente de Invención, consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1 - Procedimiento para el ataque y disgregación de la lignina y material que la contiene mediante hidrogenación e hidrólisis, caracterizado porque la hidrogenación o la hidrólisis se realiza empleando como catalizador óxido cobaltocrómico.

10 2 - Procedimiento para el ataque y disgregación de la lignina y material que la contiene mediante hidrogenación e hidrólisis, caracterizado porque la hidrogenación o hidrólisis se realiza a presiones superiores a 350 at., y a temperaturas superiores a 280° C.

15 3 - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque el catalizador se prepara directamente sobre la lignina precipitando sobre ella cromato de cobalto y sometiendo luego a la hidrólisis e hidrogenación el material así preparado a las temperaturas y presiones indicadas.

20 4 - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1 y 2, caracterizado porque para la hidrogenación de lejía de desecho de celulosa al sulfito se emplea como catalizador el cobaltocromato.

25 5 - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 4, caracterizado porque como vehículo del catalizador de cobaltocromato se emplea lignina Scholler.

6 - Procedimiento para el ataque y disgregación



1953

207142

de lignina y del material que la contiene. -

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

La cual consta de siete hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 8 enero 1953.