

207860

PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case A.10668

207860



17 ABR

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de purificación de lejías de álcali
"cáustico".

=====

SOLICITANTES: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
domiciliada en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, Inglaterra.

=====

La presente invención se relaciona con un procedimiento para eliminar impurezas de metal pesado de lejías de álcali cáustico, más especialmente de lejías de sosa cáustica.

5. En la fabricación de rayón de viscosa una de las fases principales es preparar celulosa alcalina mediante impregnación química de pulpa de madera o "linters" de algodón en soluciones de sosa cáustica de una concentración de 18 - 20% durante 2 a 3 horas. Las lejías de sosa cáustica
10. innecesarias se eliminan por prensado y la celulosa alcalina

207860



- 2 -

- húmeda así obtenida se desmenuza y se deja envejecer en condiciones reguladas de temperatura durante un periodo de unos dos días. El tiempo o duración del procedimiento viscoso en su conjunto está muy afectado por la proporción de envejecimiento de la celulosa alcalina y por consiguiente, es muy importante, poder controlar y, si es necesario, regular dicha proporción. Ciertos metales pesados tales como el hierro, el cobre, el níquel y el manganeso ejercen efectos catalíticos en el procedimiento de envejecimiento. El efecto catalítico del manganeso es más eficaz que el de los otros, por ejemplo, es peso por peso aproximadamente diez veces que el hierro. Es necesario cierto grado de efecto catalítico, pues de otro modo el procedimiento de envejecimiento tendría lugar con demasiada lentitud. Por consiguiente, es importante poder ajustar la proporción de impurezas de metal pesado en las soluciones de sosa cáustica, a una cifra apropiada, y debido al efecto preponderante del manganeso, será muy conveniente efectuar cualquier procedimiento para controlar la eliminación del manganeso, parcial o prácticamente completa, de las soluciones de sosa cáustica en la fabricación del rayón de viscosa.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

- Ya se sabe que diluyendo simplemente soluciones de sosa cáustica del grado usualmente suministrado en la industria del rayón viscosa, o sea de un 46-47% de sosa cáustica, inferiores a un punto en el que contienen un 20% de sosa cáustica, el manganeso que contengan, llega a hacerse inestable en solución y se precipita lentamente
- 35.



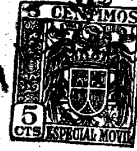
17 ABR

- como un hidróxido. Este precipitado requiere un largo tiempo - dos o más días para fijarse y es difícil de filtrar. También se sabe que la eliminación de manganeso, efectuada de este modo, puede acelerarse mediante una prévia y suave oxidación de la solución, por ejemplo con una pequeña cantidad de hipoclorito sódico o añadiendo una sal magnésica,
40. tal como sulfato magnésico que forma un precipitado adicional de hidróxido magnésico que encierra el hidróxido de manganeso y activa su precipitación, pero aun estos procedimientos son lentos, pues necesitan 24 horas y aun más, y el hidróxido magnésico es difícil de filtrar y no se fija fácilmente en las soluciones de sosa cáustica al 20%. Ahora bien,
45. hemos descubierto que añadiendo una pequeña cantidad de bióxido de manganeso finamente dividido a las soluciones diluidas, y si se desea, oxidadas, a unos 40° C. y con posterior agitación, se vé precipitando hidróxido de manganeso en periodos del orden de 15-30 minutos y el percipitado puede filtrarse fácilmente, por ejemplo a través de un cristal concrecionado.
50. 55.

- Mediante este método hemos podido reducir el contenido de manganeso en las soluciones de sosa cáustica, tanto oxidadas como inoxidadas, en proporciones del orden de 4 partes en peso de manganeso por millón de sosa cáustica - que representa una cifra media para la sosa cáustica hecha por el procedimiento de sosa-cal a valores tan reducidos como 0,27 parte en peso de manganeso por millón de sosa cáustica. También hemos descubierto que la adición de una solución de sulfato de manganeso en lugar de bióxido de manganeso, produce rápidos resultados
60. 65.



- análogos. El peso requerido del bióxido de manganeso o sulfato de manganeso es pequeño, ascendiendo a menos de 1 g. MnO_2 o $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ por litro de solución de sosa cáustica al 20%. El hierro contenido en las soluciones de sosa cáustica se elimina también parcialmente como lo es el manganeso mediante nuestro procedimiento. Por consiguiente, según la presente invención, tratemos las soluciones de sosa cáustica, si se desea en condiciones de oxidación suave, y convenientemente a una temperatura entre 35° y 45° C. con una sal u óxido de manganeso, agitando y separando por filtración u otros métodos cualesquiera sólidos que se hayan precipitado.
- 70.
- 75.
80. La concentración preferida de soluciones de sosa cáustica es equivalente a un 20% de NaOH y la temperatura preferentemente 40° C. Esta concentración es muy conveniente, puesto que precisamente alrededor de la misma es a la que las soluciones purificadas se emplean en los procedimientos de impregnación o maceración.
85. Las soluciones de sosa cáustica que suministran los fabricantes para emplearlas en los procedimientos del rayón viscosa contienen usualmente entre 46% y 47% de sosa cáustica. A temperaturas normales el calor de dilución libre para diluir tal solución a una concentración de un 20% es bastante para elevar la temperatura de la solución a unos 40° C. De este modo las condiciones preferentes, tanto de la temperatura como de la concentración en el procedimiento de la presente invención, son muy convenientes para la fabricación de rayón viscosa.
- 90.
- 95.



- La sal u óxido de manganeso deberá ser, de preferencia, finamente dividida para que su acción al eliminar las impurezas sea rápida. También deberá ser prácticamente pura y no estar contaminada con pequeñas impurezas, tales como por ejemplo compuestos de hierro que puedan ser recogidos por las soluciones de sosa cáustica durante el tratamiento . Un óxido apropiado es el bióxido de manganeso preparado prácticamente puro por métodos de precipitación; sales apropiadas son el sulfato de manganeso o cloruro.
- 100.
- 105.

Es muy conveniente efectuar una agitación durante el tratamiento con objeto de activar la reacción y esto puede conseguirse con una agitación enérgica.

- El arrastre del oxígeno atmosférico debido a tal agitación no perjudicará la marcha del tratamiento: en efecto, un medio ambiente ligeramente oxidante dado por ejemplo por oxígeno disuelto o por la adición de hipoclorito sódico como ya se ha descrito estimula la precipitación de compuestos de manganeso.
- 110.

- Nuestro procedimiento vá ilustrado, pero en modo alguno limitado, en los siguientes ejemplos.
- 115.

EJEMPLO 1.

- A 800 grs. de una solución de sosa cáustica conteniendo 45.36% de NaOH se añadieron 20 mls. de una solución de hipoclorito sódico que contiene 12.3% de cloro utilizable. Esto fué suficiente para oxidar todo el material oxidable en la solución de sosa cáustica y dejar un ligero exceso de cloro utilizable, según revelan las siguientes cifras:
- 120.

207860

- 6 -



17 AB

125. total de material oxidable en la lejía de sosa cáustica, equivalente a 5.04 mls.N/100 iodina/5 grs. NaOH

130. exceso de cloro después de añadir hipoclorito sódico equivalente a 1.05 mls.N/100 cloro/5 grs.NaOH.

Después de bien mezclados, 500 grs. de la mezcla se diluyeron en 650 grs. de agua destilada y se agitaron con 0,45 grs. de bióxido de manganeso a 40° C. Se tomaron muestras a intervalos y se filtraron a través de un cristal concrecionado.

135.

Determinaciones de manganeso y de hierro clorométricamente en estas muestras dieron los siguientes resultados

140.	partes Mn por millón NaOH	Partes Fe por millón NaOH
solución de sosa cáustica insoluble (45.3% NaOH)	3.7	1.4
solución sosa cáustica diluida		
145. (19.9% NaOH) después de 5 mins.	0.34	1.6
" " 15 "	0.27	1.0
" " 60 "	0.27	1.0

EJEMPLO 2.

150. A 800 gramos de una solución de sosa cáustica conteniendo 45.36% de NaOH se añadieron 20 mls. de una solución de hipoclorito sódico conteniendo 12.3% de cloro disponible. Esto fué suficiente para oxidar todo el material oxidable en la solución de sosa cáustica y dejar un ligero exceso de cloro disponible, como revelan las siguientes cifras.

155. total de material oxidable en la lejía de sosa cáustica equivalente a 4.6 mls. N/100 iodina/5 grs.NaOH.



Exceso de cloro después de añadir hipoclorito sódico equivalente a 2.5 mols.N/100 cloro/5 gr.NaOH.

160. Después de bien mezclados, 308 gramos de la mezcla se diluyeron en 400 grs. de agua destilada conteniendo 0,38 gr. de sulfato manganeso disuelto $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ y se agitaron a 40° C. Se tomaron muestras a intervalos y se filtraron a través de un cristal concrecionado.

165. Determinaciones de hierro y manganeso clorométricamente en estas muestras dieron los siguientes resultados:

	<u>partes Mn por</u> <u>millón NaOH</u>	<u>partes Fe por</u> <u>millón NaOH</u>
170. solución de sosa cáustica insoluble (45.3% NaOH)	4.4	1.7
solución de sosa cáustica diluida (19.9% NaOH) despues de 15 minutos	0.28	1.1

N O T A

175. 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

180. el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 21 de febrero de 1952, nº 4600/52, acogiéndose, 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 solicita

185. Patente de Invención, por 20 años en España "Procedimiento de purificación de lejías de álcali cáustico"; caracterizándose por lo siguiente:



17 Abr

190. 1^a.- Procedimiento de purificación de kejas de álcali cáustico o de soluciones de sosa cáustica o potasa cáustica, caracterizándose porque se las añade en condiciones ligeramente oxidantes, si se desea, óxidos prácticamente puros o sales de manganeso, agitando y separando los sólidos precipitados.

195. 2^a.- Procedimiento según reivindicación 1^a, caracterizándose porque el óxido de manganeso es bióxido de manganeso finamente dividido.

3^a.- Procedimiento según reivindicación 1^a, caracterizándose porque la sal de manganeso es sulfato manganesoso.

200. 4^a.- Procedimiento; según se especifica en las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque la solución de sosa cáustica en tratamiento contiene de 18% a 22% de sosa cáustica.

205. 5^a.- Procedimiento según se especifica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque la temperatura de la solución de sosa cáustica en tratamiento es entre 30° C. y 50° C.

210. 6^a.- Procedimiento según se especifica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque se añade hipoclorito sódico a las soluciones de sosa cáustica para ponerlas en condiciones de oxidación suave.

215. 7^a.- Procedimiento según se especifica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque las soluciones de sosa cáustica de un 40 a un 46% se diluyen primeramente en agua para dar soluciones de un 18 a

207860



17 AB

- 9 -

22% a la temperatura adecuada para el tratamiento.

8^o.- Procedimiento de purificación de leñas de álcali cáustico: según queda substancialmente descrito

220. en la presente memoria, que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20 de febrero de 1953.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

6. P. de ... MODELO