

207880

MEMORIA DESCRIPTIVA



De la PATENTE DE INVENCION que solicita la Empresa Nacional  
"Calvo Sotelo" por:

207880

"UN NUEVO PROCEDIMIENTO CONTINUO DE SACARIFICACION, POR  
DEGRADACION DE LAS HEMICELULOSA Y CELULOSA, CONTENIDAS  
EN RESIDUOS VEGETALES"

- - - - -

- 1 Al aplicar los conocidos procedimientos de sacarificación de  
la madera a otros residuos vegetales como orujo, tallos de  
algodón y maíz, sarmientos de vid, paja de cereales, etc.,  
surgen en los aparatos de reacción serias dificultades como  
5 consecuencia de la precipitación de sulfato cálcico en las  
zonas filtrantes. Por otra parte, el aprovechamiento de la  
lignina por destilación a baja temperatura cuando la degra-  
dación ha llegado hasta la celulosa, o el del residuo ligno-  
celulósico cuando solamente se ha sacarificado las hemicelu-  
10 losas, exige un lavado perfecto para eliminar totalmente el  
ácido mineral, sin que hasta ahora se hayan resuelto satis-  
factoriamente las dificultades citadas, ni otras que presen-  
tan los actuales procedimientos.

- 15 Tales inconvenientes han sido soslayados por el pro-  
cedimiento de operar en contracorriente según el esquema pri-  
mero con digestores montados en batería, en los que se intro-  
ducen los residuos vegetales para su degradación y lavado.

El procedimiento que se describe la degradación de



los polisacáridos por la acción hidrolizante parcial de una  
20 disolución de ácido sulfúrico, produce una solución acuosa  
azucarada llamada mosto y deja en los digestores un resi-  
duo lignocelulósico impregnado de mosto y de solución de  
ácido sulfúrico. El lavado arrastra las últimas porciones de  
mosto así como el ácido que impregna el residuo citado; el  
25 agua procedente del lavado, se utiliza para diluir el ácido  
sulfúrico hasta el grado adecuado.

La forma de realizar la degradación y el lavado simul-  
táneamente en los digestores montados en batería constituye  
la esencia del procedimiento que se describe, que representa  
30 un perfeccionamiento respecto a los procedimientos actuales.

En el procedimiento que se describe la situación de ca-  
da digestor respecto a los que con el mismo forman batería,  
varía periódicamente, para lo cual están comunicados entre  
sí mediante tuberías que llevan las válvulas necesarias pa-  
35 ra hacer las combinaciones adecuadas. La carga del vegetal  
y la descarga del residuo ligno-celulósico también se hacen  
periódicamente, mientras que la alimentación del agua para  
lavado y la inyección del ácido concentrado tiene lugar en  
flujo continuo, variando solamente el punto de inyección de  
40 agua y ácido como consecuencia del cambio de posición rela-  
tiva de los digestores en la batería. Como consecuencia ca-  
da digestor pasa sucesivamente por las fases de carga, de-  
gradación, lavado y descarga ocupando en forma cíclica cada  
uno de los lugares de la batería.

45 Mediante este procedimiento los digestores se agrupan

2 7880



sucesivamente durante el funcionamiento en rotación, en dos secciones, una de ellas en fase de lavado y la otra en fase de degradación; a la vez, a lo largo de la batería la temperatura varía desde 100° aproximadamente en el digestor recién cargado con vegetal, hasta la temperatura del agua de lavado fresca en el digestor que recibe esta agua, pasando la temperatura por un máximo que puede llegar a 190° en los digestores en fase de degradación. Para producir dichas variaciones de temperatura, el conjunto de digestores está dotado de la indispensable calefacción que tiene lugar por inyección directa de vapor de agua en las tuberías que unen a los digestores entre sí.

La degradación se produce por medio de una disolución de ácido sulfúrico en agua, que produce la hidrólisis de los polisacáridos contenidos en los vegetales. Mientras que por los procedimientos actuales la disolución de ácido sulfúrico tiene que prepararse en una instalación adicional grande y construida con costosos materiales resistentes a los ácidos, en el procedimiento que se describe no son necesarios depósitos especiales para preparar el ácido diluido, porque la disolución sulfúrica se prepara en forma continua en la batería de digestores mediante la inyección de ácido a presión en la tubería que une al último digestor en fase de lavado con el primero en fase de degradación. De esta forma se eleva hasta el grado conveniente la acidez de las aguas procedentes de la fase de lavado, las cuales contienen ya el ácido que impregnaba al residuo ligno-celulósico.

Por otra parte mientras que en los procedimientos que



75 preparan primeramente el ácido mineral hasta una concen-  
tración determinada y después lo inyectan por algún medio  
en los reactores no se consigue un gradiente de concentra-  
ción de ácido en cada reactor durante el tiempo que permanece en una fase del circuito, en el procedimiento que se describe existe una variación de concentración no sólo a  
80 lo largo de la batería de digestores, sino también en cada uno de los mismos. En el procedimiento que se describe, la concentración de ácido varía paulatinamente entre cero en el digestor que recibe el agua fresca para lavado y 0,1% á 0,2% en el digestor recién cargado con vegetal, pasando  
85 por una concentración máxima en el primer digestor de la fase de degradación, que es el que se encuentra inmediatamente después del punto de inyección del ácido concentrado en la tubería.

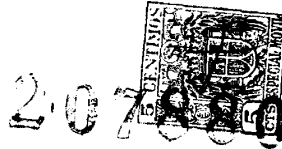
90 Como la situación relativa de cada digestor varía al cabo de un cierto tiempo, por ejemplo cada hora, resulta que cada digestor pasa de una posición a la inmediata, lleno de solución ácida. Al ser desalojada esta solución por las aguas de lavado, el líquido que llega al punto de inyección de ácido sulfúrico tiene una concentración de ácido  
95 variable, por ser la alimentación de agua y la inyección de ácido continuas, e intermitente el paso de los digestores de una posición a otra. La variación del grado de acidez con el tiempo se aprecia claramente en el gráfico de la figura cuatro, que da como ejemplo los valores de la  
100 acidez para una batería de seis digestores. Como la alcalinidad de los residuos vegetales de que se trata es bastante elevada, el consumo de ácido en este procedimiento que se describe es menor que el que se tiene en los otros pro-



cedimientos empleados hasta ahora, ya que trabajando en  
105 la forma indicada las cenizas se neutralizan precisamen  
te con el ácido que contiene el mosto y por tanto el consu  
mo total de ácido queda reducido al necesario para neutra  
lizar tales cenizas resultando un mosto con acidez mine-  
ral muy baja. La concentración y composición de los mos-  
110 tos azucarados resultantes se puede variar modificando los  
períodos de descarga, la relación de cantidad de mosto fi  
nal a cantidad de producto primitivo, la temperatura y la  
concentración de ácido.

El lavado se realiza en contracorriente en el mismo  
115 digester, con agua que circula en sentido contrario al de  
la disolución ácida. El lavado se lleva a cabo hasta eli  
minar el ácido sulfúrico diluido que impregna el residuo  
ligno-celulósico. El mencionado lavado en contracorriente  
significa un avance en los procedimientos de sacarifica-  
120 ción, porque hace posible un aprovechamiento industrial  
de la lignina mejor que el de quemarla en las calderas,  
práctica seguida en las fábricas de azúcar de madera.

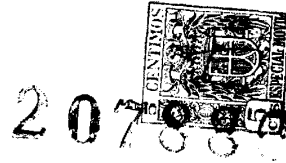
Por ejemplo, puede destilarse la lignina a baja tem  
peratura, en cuyo caso, si no se han eliminado totalmente  
125 los restos de ácido sulfúrico se reduce considerablemente  
el rendimiento de alquitrán hasta un punto que hace anti-  
económica la destilación a baja temperatura del residuo;  
el lavado del mismo permite, por tanto, su utilización  
económica como materia prima para la destilación a baja  
130 temperatura. Además de esta evidente ventaja del procedi-  
miento que se describe, proporciona otras también impor-  
tantes, como son la recuperación total del ácido impreg-



nado en el residuo ligno-celulósico; la recuperación total del azúcar producida en la sacarificación; el aprovechamiento del tiempo de lavado, como tiempo de sacarificación. Al lavar en contracorriente sin tener que extraer del circuito las aguas de lavado para preparar el ácido sulfúrico, se puede ya trabajar en caliente por lo que las aguas de lavado que se van paulatinamente acidificando actúan como elemento sacarificante con lo que el tiempo total de sacarificación se reduce en comparación con el necesario en los procedimientos actuales, en los cuales no puede hacerse el lavado en caliente sin recurrir a una complicación de las instalaciones, y como consecuencia en los procedimientos actuales no existe sacarificación durante la fase de lavado.

Otra ventaja del procedimiento que se describe es que no se producen más aguas de lavado que las que se emplean a continuación en la fase de sacarificación, a la vez que se consigue un lavado perfecto, mientras que en los procedimientos actuales o no se logra la eliminación total del ácido o se producen muchas más aguas de las necesarias para la sacarificación, lo que representa un grave inconveniente en la actualidad porque las aguas sobrantes hay que neutralizarlas antes de enviarlas a los desagües públicos.

Los digestores, de dimensiones apropiadas para la capacidad requerida en cada caso y al mismo tiempo de proporciones adecuadas para que el líquido pueda circular sin entorpecimientos debidos a compresiones de producto,



formación de canales, etc., llevan unos filtros de nuevo tipo que se describen en la presente memoria, fácilmente desmontables e intercambiables para su reparación para poder limpiarlos durante la marcha cuando se trabaja con  
165 productos que forman incrustaciones minerales. Los filtros mencionados, representados esquemáticamente en la figura tercera, van situados interiormente en el cono del digestor y constan de una primera zona de filtración formada por dos chapas perforadas que sujetan entre ellas un  
170 manto de lana de vidrio u otro material filtrante; los líquidos en circulación se ven obligados a pasar por esta zona filtrante yendo a parar a una cámara colectora, para pasar después por un orificio central al colector general que recoge los líquidos filtrados en los distintos sectores acoplados al digestor en la parte cónica superior, en  
175 la forma indicada en la figura segunda. La sujeción de los distintos sectores en el cono se hace mediante tornillos.

El conjunto de digestores, con los filtros descritos, permite realizar la degradación de los polisacáridos contenidos en los residuos vegetales en forma que los rendimientos pueden variar entre amplios límites, por lo cual el esquema de trabajo supone diversos períodos de descarga de los digestores, al mismo tiempo que la temperatura varía entre los límites indicados anteriormente. Las cargas y descargas tienen lugar periódicamente, por ejemplo cada  
185 hora, mientras que la inyección de agua y ácido tiene lugar en forma continua. El ácido, a una concentración de 25 á 50 % se inyecta a presión en las tuberías que unen a los digestores, reforzando así la concentración del ácido en  
190 las aguas hasta un grado adecuado.



Mediante la combinación especial de las inyecciones de agua y de ácido en flujo continuo, con el cambio intermitente de posición relativa de los digestores se logra en cada uno de éstos una concentración media de ácido superior a la que se conseguiría trabajando según los procedimientos actuales. En el procedimiento que se patenta el ácido arrastrado por las aguas de lavado se transporta de uno a otro digester hasta pasar por todos, al hacer el cambio de posición de los mismo en la batería, en régimen rotativo. Como este cambio de posición y el transporte consiguiente de ácido, se hace periódicamente, por ejemplo cada hora, y después los líquidos sacarificantes que marchan en sentido contrario a las aguas de lavado, lo vuelven a trasladar al digester de partida, resulta que en el procedimiento que se describe existe en la batería una cantidad de ácido sulfúrico en constante movimiento que permite elevar el grado de acidez de los líquidos sacarificantes, sin originar un mayor consumo de ácido. Los resultados que se alcanzan en el procedimiento que se describe no es posible alcanzarlos en los procedimientos actuales que preparan la disolución ácida en instalación aparte a la concentración justa necesaria para la hidrólisis, porque en tal caso el reactor que recibe dicha disolución no puede alcanzar un grado de acidez superior al de la misma disolución. En cambio, en el procedimiento que se describe el ácido se inyecta en las tuberías a concentración mucho mayor de la necesaria para la hidrólisis sacarificante, y el aumento de acidez en los digestores influye favorablemente reduciendo el tiempo de sacarificación.

207880

220 El residuo ligno-celulósico, más o menos agotado, y exento de ácido, se puede utilizar como punto de partida para la obtención de celulosa, como materia prima para destilarla a baja temperatura, como combustible directo, o en otros usos.

225 Los productos volátiles que se forman en cada digestor se eliminan por las adecuadas válvulas de descompresión, siendo conducidos a los lugares que convenga para su utilización.

230 El dibujo primero, esencialmente esquemático, que se da a título de ejemplo, no limitativo del número de digestores en la batería, ni de los dispositivos mecánicos de carga y descarga, ni de sus dimensiones, permite seguir con toda claridad el proceso que se patentará.

NOTA REIVINDICATORIA

235 1ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarificación, por degradación de las hemicelulosa y celulosa contenidas en residuos vegetales caracterizado porque la sacarificación y el lavado de las hemicelulosas y celulosas contenidas en los residuos agrícolas se realizan simultáneamente en forma continua de digestores montados en batería, comunicados entre sí por tuberías con válvulas que permiten variar la posición relativa de los digestores respecto a los restantes.

245 2ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarificación, por degradación de las hemicelulosa y celulosa contenidas en residuos vegetales caracterizado porque cada

207880



digestor pasa por las fases de carga, sacarificación, lavado y descarga, con arreglo a un régimen periódico de funcionamiento.

250 3ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarificación, por degradación de las hemicelulosa y celulosa contenidas en residuos vegetales caracterizado porque la sacarificación se produce por medio de una disolución de ácido sulfúrico en agua preparada en forma continua en  
255 los mismos digestores por inyección continua de ácido en las tuberías de comunicación de los digestores.

4ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarificación, por degradación de las hemicelulosa y celulosa contenidas en residuos vegetales caracterizado porque el lavado del residuo ligno-celulósico de la sacarificación se realiza en los digestores mediante agua en contracorriente la cual arrastra los restos de ácido que impregnan al residuo ligno-celulósico y se emplea a continuación para preparar en la misma batería la disolución en  
265 la forma reivindicada.

5ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarificación, por degradación de las hemicelulosa y celulosa contenidas en residuos vegetales caracterizado porque la concentración y composición de los mostos resultantes se puede regular mediante la variación, simultánea o  
270 no, de todos o alguno de los factores siguientes: períodos de descarga, relación de cantidad de mosto final a cantidad de producto primitivo, temperatura, concentración.



275 6ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarifica-  
ción, por degradación de las hemicelulosa y celulosa con-  
tenidas en residuos vegetales caracterizado porque la  
temperatura para el desarrollo del procedimiento varía  
entre 100 y 190º, realizándose la calefacción por in-  
280 yección directa de vapor en las tuberías de los diges-  
tores.

7ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarifica-  
ción, por degradación de las hemicelulosa y celulosa con-  
tenidas en residuos vegetales caracterizado porque los di-  
285 gestores van provistos de filtros especiales caracteri-  
zados por tener una primera zona de filtración formada  
por dos chapas perforadas que sujetan entre ellas un man-  
to de lana de vidrio u otro material filtrante y una cá-  
mara colectora que recoge los líquidos de la zona fil-  
290 trante para pasarlos por un orificio central al colec-  
tor general donde se reúnen los líquidos filtrados en  
los distintos sectores acoplados al reactor en la par-  
te cónica superior.

8ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarifica-  
295 ción, por degradación de las hemicelulosa y celulosa con-  
tenidas en residuos vegetales caracterizado porque no  
es preciso extraer el circuito de digestores el agua de  
lavado para preparar la disolución ácida.

9ª.- Por un nuevo procedimiento continuo de sacarifica-  
300 ción, por degradación de las hemicelulosa y celulosa con-  
tenidas en residuos vegetales, tal como se describe con  
todo detalle en el cuerpo de esta memoria que queda igual-  
mente reivindicado.



Consta de 12 hojas escritas por una sola cara y de  
305 4 planos.

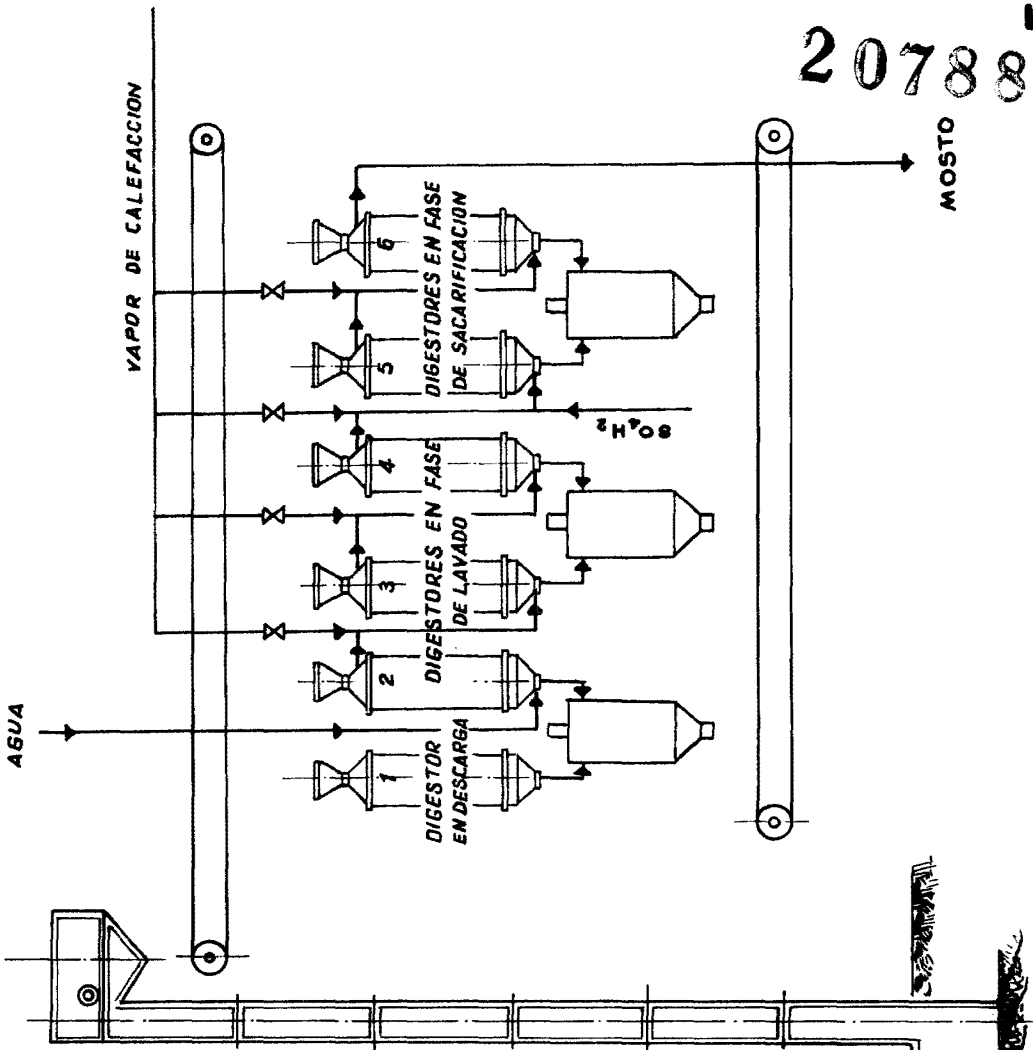
Madrid, 21 de febrero de 1.953

207880



FIGURA N°1

207880



EMPRESA NACIONAL CALVO SOTELO  
CENTRO DE INVESTIGACION

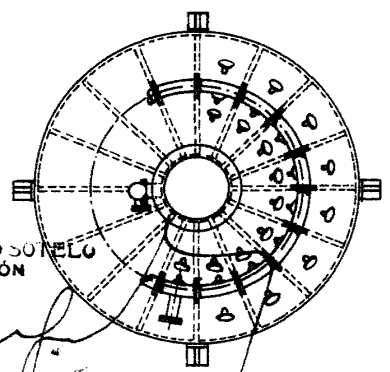
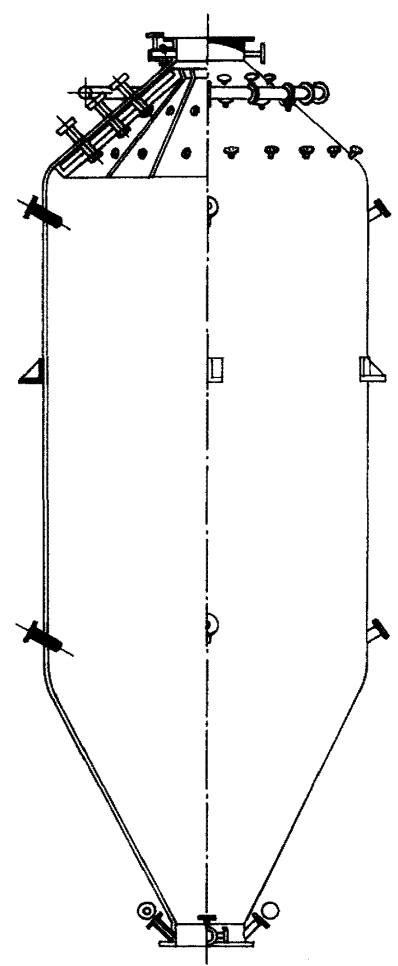
*[Handwritten signature]*

DIRECTOR



207880

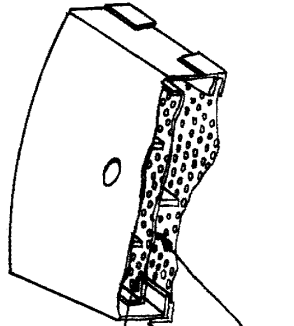
207880



EMPRESA NACIONAL CALVO SOTELU  
CENTRO DE INVESTIGACIÓN

FIGURA N°2

*[Handwritten signature]*  
DIRECTOR

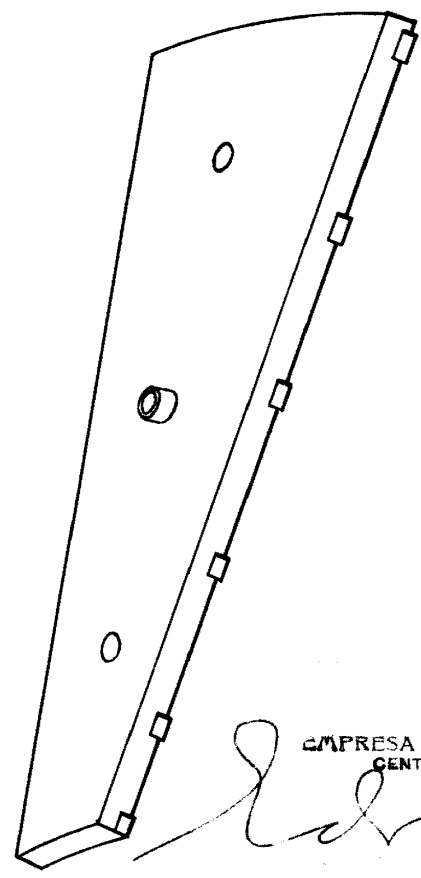


COLECTOR  
ZONA DE FILTRACION  
RELLENA DE LANA  
DE VIDRIO

207880

207880

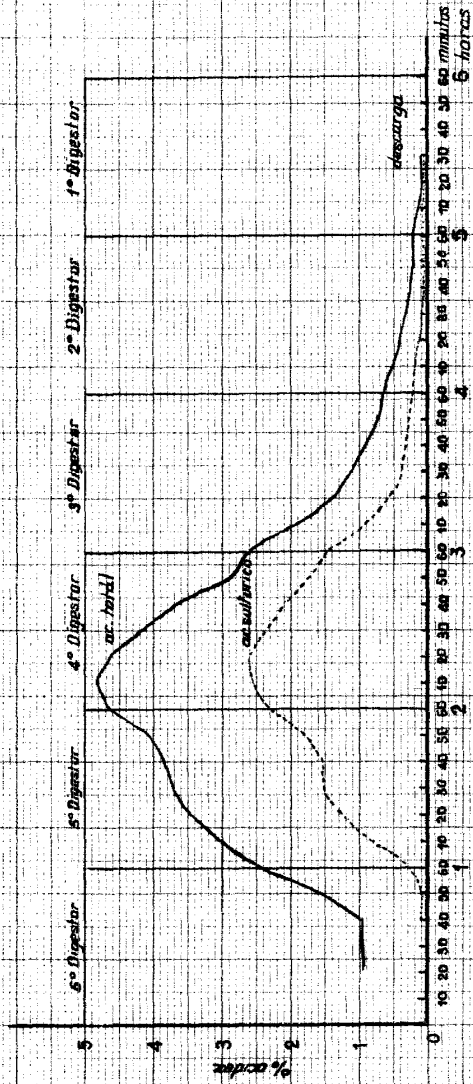
FIGURA N°3



EMPRESA NACIONAL CALVO SOTELO  
CENTRO DE INVESTIGACION

*Edo. Lopez*

DIRECTOR



207880

FIGURA N° 4



EMPRESA NACIONAL ALVOSOTILLO  
 GENERAL DE INVESTIGACIONES

*[Handwritten signature and notes]*