

PATENTE DE INTRODUCCION
=====

Nr.1.
=====

20



20 87 FEB 1902

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de sales solubles en
"el agua, a base de ácidos carbónicos de ésteres de la
"celulosa".

=====

SOLICITANTE: SVENSKA CELLULOSA AKTIEBOLAGET, entidad
sueca, domiciliada en Nyhamns Kemiska Fabrik,
ESSVIK, Suecia.

=====

El presente invento constituye un procedimiento para la obtención de sales solubles en el agua, a base de ácidos carbónicos de ésteres de la celulosa, y por medio de la transformación de celulosa con un medio de alcoholes, por ejemplo, ácido sebácico a base de halógenos, en presencia de álcali. Segun el invento se obtiene cierta desintegración de la celulosa alcalina usando un medio de oxidación en la reacción causada por el ácido sebácico de halogenos y/o se desintegra hasta cierto punto el celulosa-glicolato, formado durante la reaccion, usando un medio de



208000

- oxidación. La presencia de medios de oxidación orgánica, por consiguiente, el importante resultado de que las moléculas de celulosa en estado no alcoholilado y/o alcoholilado sean desintegradas, de modo que el producto final produce soluciones acuosas de una viscosidad relativamente baja.
15. Como medio de oxidación se usa hipoclorito, convenientemente hipoclorito sódico, preferiblemente en cantidades que correspondan a 0,01-0,10 volúmenes de cloro activo por 1 volumen de celulosa de 90%. La transformación se efectúa convenientemente agregando la hidrólisis de la celulosa alcalina lo que hace retroceder las sales químicamente neutras, es decir, que las sales no reaccionan con la celulosa alcalina ni con el ácido sebácico de halógenos. Como ejemplo de esta clase de sales se pueden mencionar sales de
20. halógenos de los metales alcalinos, por ejemplo, cloruro de sodio, y las sales alcalinas de distintos ácidos orgánicos. El ácido sebácico de halógenos se puede agregar convenientemente en forma sólida, forma anhidra o forma fundida. También se le puede agregar completa o parcialmente transformado en sal alcalina o disuelto en medio neutro de disolución que a su vez debe ser soluble en agua, por ejemplo, alcohol.
- 25.
- 30.

El procedimiento al que se refiere este invento consta de las siguientes etapas:

35. A. Fabricación de celulosa alcalina.
B. Fabricación del celulosaglicolato en conexión con desintegración oxidante.
C. Neutralización y lavado eventual del celulosaglicolato.
40. D. Secado y acondicionamiento.



A continuación se describirá una forma adecuada de utilización práctica del invento.

A. Fabricación de la celulosa alcalina.

- Esta etapa se efectúa en una prensa de mercerización de un tamaño apropiado, en la cual la pila está dividida en varias cámaras por medio de planchas móviles perforadas. Las hojas de celulosa de seda de calidad normal, en total correspondiente a aproximadamente 20 kilos de pulpa de 93% , se distribuyen en cinco bultos de igual peso, que se colocan cada uno en su cámara en la prensa. Se introducen en la prensa 450 litros de lejía de mercerización (214 gr. de NaOH/litro de fenolftaleína). La mercerización debe seguir durante 50 minutos contados desde el momento en que las hojas estén cubiertas de lejía. La lejía debe escurrir a continuación mientras se comprimen las hojas empujando hasta una posición determinada la placa de compresión móvil. Después se saca la celulosa alcalina. Su peso es normalmente de aproximadamente 60 kilos y contiene aproximadamente 14% de NaOH.

60. B. Fabricación del celulosaglicolato en conexión con desintegración oxidante.

- El conjunto de aparatos es un dispositivo corriente de "pfleiderer" con brazos giratorios de rallar. Está provisto de camisas dobles para el enfriamiento y vá equipado con dos tubos rociadores fijados en los costados largos.

65. 660 kilos de celulosa alcalina, correspondiente a 220 kilos de pulpa de 94% y 60 litros de una solución de hipoclorito sódico, conteniendo 152 gr. de cloro activo por litro y 25 kilos de NaCl, se colocan en el dispositivo

- 70.



208002

- "pfleiderer", que se pone en marcha después y debe marchar durante 180 minutos. La temperatura puede variar entre 18 y 20° C., sin pasar de esta última. Después se agregan durante 1.1/4 horas, 49,5 kilos de ácido monocloroacético en forma de cristales y durante este tiempo la temperatura puede subir hasta 25° C. y esta temperatura se debe mantener después. 25 kilos de NaOH que, cuando la concentración es de aproximadamente 500 gramos de NaOH por litro, corresponden a un volumen de 50 litros, se agrega poco a poco, durante 1.1/4 horas, 49,5 kilos de ácido monocloroacético en forma de cristales, después de lo cual el dispositivo "pfleiderer" seguirá marchando todavía un rato.
- 75.
- 80.
- Después se vacía el aparato. El producto, la pulpa rallada, que tiene un peso de aproximadamente 880 kilos, se retira en un cajón de madera y se embala en barriles de chapas de madera, que están provistos de tapas. Cada barril contiene 30 kilos de pulpa rallada, correspondiente a 7,5 kilos de pulpa original de 93%.
- 85.
- 90.
- Los barriles se deben dejar durante 24 horas. Durante la curación, la temperatura sube de 25°C. a 42-43° C. dentro de un tiempo de 12 horas, después de lo cual baja lentamente.
- 95.
- Es conveniente que se efectúe la mezcla de la celulosa alcalina y del ácido sebácico de halógenos a una temperatura suficientemente baja para que la reacción que produce la formación del glicolato, tenga lugar solo parcialmente durante esta etapa. Por esta razón se debe mantener la temperatura dentro de los límites de 0 - 25° C.
- 100.
- La curación deberá tener lugar bajo tales condiciones que



208002

el calor de reacción eleve la temperatura al nivel apropiado por ejemplo 40-60° C. Las condiciones favorables para la curación se pueden obtener, como ya se ha dicho, embalando el material en recipientes adecuados.

105. C. Neutralización y lavado eventual del celulosaglicolato.

1) Neutralización.

La neutralización se efectúa en un tambor de chapas de hierro de dimensiones convenientes provisto de un

110. agitador. El recipiente de neutralización se llena con 100 litros de alcohol de 70%, que se mezclan y agitan con aproximadamente 60 kilos de pulpa rallada, correspondiente a aproximadamente 15 kilos de pulpa de 93%. El agitador mecánico se introduce en el recipiente y se hace marchar

115. durante algunos minutos. Después de haber agitado durante 2 minutos, se agregan, durante 8 minutos de agitación en tres etapas 25 litros de alcohol de 70%, en el cual se ha mezclado una cantidad de HCl concentrado, generalmente 5,5 litros, que corresponde a 85% de la cantidad necesaria para

120. neutralizar la pulpa curada. (Esta cantidad se determina por medio de titración de las muestras que se sacan de cierto número de barriles, pertenecientes a la misma carga).

Cada adición se efectúa durante 2 minutos y el tiempo entre dos adiciones es de 3 minutos. A los 3 minutos después

125. de la última adición, se saca una muestra del líquido y se determina su alcalinidad. A base de esto se calcula la cantidad necesaria para la neutralización de toda la cantidad del líquido, de HCl concentrado y este último se mezcla con 2 litros de alcohol de 70% y esta mezcla se agrega

130. durante 2 minutos al contenido en el recipiente de neutrali-



zación. Después de otros 3 minutos se para el agitador. Todo el proceso de neutralización requiere aproximadamente 40 minutos.

- Después se eleva el agitador mecánico, y se levanta el recipiente de neutralización de modo que se pueda verter
135. su contenido en una centrifuga parada. Esta se llena en varias etapas. Después se hace marchar la centrifuga durante 10 minutos, y en vista de que la centrifuga está provista de un dispositivo de vaciado por el fondo, se puede hacer salir por
140. medio de un palo de madera el contenido de la centrifuga, que ha quedado como un cilindro en las paredes de la misma. La centrifuga debe girar lentamente al sacar el contenido.

El glicolato centrifugado tiene un grado de sequedad de 50-60%.

- 2) Lavado. (Esta etapa se puede eliminar eventualmente, si no se ponen altas exigencias con respecto al producto final)
- 145.

Para este proceso se usan recipientes de chapas de hierro, cada uno con una cabida de 145 litros. El glicolato centrifugado después de la neutralización se recoge en uno de los recipientes y se agregan 75 litros de alcohol

150. de 70% agitando la masa. Se deja la mezcla durante 30 minutos, pero durante este tiempo se agita la masa varias veces.

- Después se vacía el contenido del recipiente
155. en la centrifuga. Se la hace marchar durante 10 minutos, después de lo cual se quita el contenido de las paredes con un palo mientras la centrifuga gira lentamente. Ya que esta centrifuga no está equipada con dispositivo de vaciado por el fondo, se retira mediante una pala el glicolato
160. lavado y centrifugado, y se echa en barriles del mismo



19208002

tipo que se usa para la curación. El grado de sequedad del glicolato después de la separación centrífuga es de 58-60%.

D. Secamiento y acondicionamiento.

165.

(Se puede prescindir eventualmente de estos procesos).

El secado se efectúa en una instalación de secado por cinta distribuida en varios pisos. Cada piso consta de dos cilindros entre los cuales se ha extendido una tela

170.

metálica sin fin.

Para insuflar el aire caliente que sigue al material que ha de secarse, hay un "aerotemper". El dispositivo de alimentación consta de una caja, abierta en el fondo, donde giran ejes horizontales provistos de alas.

175.

El material que se alimenta con una velocidad que corresponde a 30 kilos de pulpa de 93% por hora, cae por toda la anchura del piso superior y es soplada de aire durante el transporte en los distintos pisos. El aire en el piso superior tiene una temperatura de 95° C. La temperatura baja después y durante el vaciado en el fondo el aire que contiene alcohol tiene una temperatura de 45° C. Los pisos están dispuestos en forma que el material, al final de cada piso, caiga al piso inferior y sea transportado después en sentido contrario y en el plano horizontal.

180.

Después del secado se recoge el celulosaglicolato en cajones. Tiene entonces un grado de sequedad de 90%.

185.

Después del secamiento se extiende el glicolato sobre una superficie y se debe acondicionar durante aproximadamente 10 horas a la temperatura del ambiente.

190.

Gracias a este nuevo procedimiento, se obtienen



de una manera muy ventajosa las sales tratadas con ácidos carbónicos de éteres de la celulosa que son solubles en agua. Se pueden usar para los fines técnicos más variados, por ejemplo, como medio de apresto, medio de espesamiento, aglutinantes y colas, sustitutos de pectinas, medio de agregación para grasa comestible, etc.

195.

N O T A

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, siendo lo que constituye su esencia y por lo que se solicita Patente de Introducción, por 10 años en España: "Procedimiento para la obtención de sales solubles en el agua, a base de ácidos carbónicos de éteres de la celulosa"; caracterizándose por lo siguiente:

200.

205.

1º.= Procedimiento para la obtención de sales solubles en el agua, a base de ácidos carbónicos de éteres de la celulosa transformando la celulosa mediante un medio de alcohexilación, por ejemplo, ácido sebácico de halógenos en presencia de álcali, caracterizado por el hecho de que se efectúa la alcohexilación en presencia de un hipoclorito como medio de regular la viscosidad.

210.

2º.= Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que se usa hipoclorito de sodio como medio de regular la viscosidad.

215.

3º.= Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado por el hecho de que se agrega el hipoclorito sódico en una cantidad que corresponde a 0,01 - 0,10

220.



208002

volúmenes de cloro activo por 1 volumen de celulosa de 90%.

225. 4º.- Procedimiento para la obtención de sales solubles en el agua, a base de ácidos carbónicos de éteres de la celulosa; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de nueve hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 27

SVENSKA CELLULOSA AKTIEBOLAGET.

Madrid