

209904



MEMORIA DESCRIPTIVA que forma parte integrante de la Patente de Invención cuyo registro en el de la Propiedad, Industrial se solicita en España, por "Procedimiento para la obtención de sulfato sódico, libre de agua, durante la fabricación de elementos de viscosa" ----- a favor de Don Alfons Zieren, de nacionalidad alemana, domiciliado en Niedermarsberg (Alemania).

Es conocida la obtención de sulfato sódico que se produce por precipitación de elementos artificiales de viscosa y que en principio queda como solución por refrigeración de una parte de un precipitante en forma de sal de Glauber. La Sal de Grauber tiene, por su gran contenido de sulfato de sosa anhidro, poco valor comercial. Debido a ello es transformado convenientemente en sulfato sódico, libre de agua.

La Sal de Grauber se descompone, al ser calentada, a 32,4° C, en sulfato sódico y solución de sulfato sódico saturada. Por encima de esta temperatura se reduce la solubilidad del sulfato sódico en agua, según aumenta la temperatura. Estas características hacen imposible deshidratar grandes cantidades de sal de Glauber por evaporación del sulfato de sosa anhidro en ollas, hornos giratorios y evaporadores tubulares o similares. De la mezcla de solución sódica y soda sólida que se produce durante el calentamiento, se separan en las superficies de calefacción costras sódicas duras debido a que en dicho punto la temperatura es la más elevada, o sea que la solubilidad de la soda es la más reducida.



Para evitar estas dificultades, se ha propuesto vaporizar sal de Glauber sin el empleo de superficies de calefacción, esparciendo la misma en una cámara en la cual se inyecta gases calientes. Este procedimiento de trabajo, desde luego, está supeditado a grandes desventajas, pues las calorías del gas están mal aprovechadas y porque se precisa un medio de combustión, libre de polvo, para obtener soda pura.

Durante la producción de elementos de viscosa, no sólo se completará el baño de precipitación con sulfato sódico, sino que es rebajado también por el contenido de agua de la viscosa y por la producción de agua. Debido a ello habrá de ser vaporizada constantemente agua al objeto de regenerar el baño de precipitación. La vaporización se realiza normalmente en aparatos al vacío a temperaturas que caen por encima de la temperatura correspondiente al baño de precipitación. Debido a ello resulta económico guiar a través del vaporizador a base de poca concentración grandes cantidades de baño de precipitación. De este modo resulta la concentración de sulfato por debajo del límite de saturación y la superficie de calefacción queda libre de costras de sulfato.

Si no se descrystaliza sal de Glauber, no es suficiente vaporizar agua para mantener constante la cantidad y la composición del baño de precipitación, sino que habrá de ser desviado constantemente tanto baño de precipitación como corresponde a la cantidad de sulfato que se produzca. El baño de precipitación tiene un contenido de agua más elevado que la sal de Glauber. Debido a ello, cuando se cristaliza sal de Glauber, habrá de vaporizarse una cantidad mayor de agua.

Según el presente invento se propone aprovechar la instalación de vaporización del baño de precipitación en re-



lación con la cristalización de sal de Glauber, para la obtención de sulfato sódico, libre de agua. Para la realización del presente invento se procede del siguiente modo:

5 Para la cristalización de sal de Glauber no sólo es refrigerado el baño de precipitación, sino una mezcla de baño de precipitación y solución de sulfato sódico saturado. La solución de sulfato sódico es materia de retroceso que queda a disposición al fundir sal de Glauber, una vez que se ha separado, por ejemplo, a 80° C, un 45 % del contenido de sulfato en forma sólida. De este modo llega el sulfato de sosa anhidro de la cantidad del sulfato producido a la lejía base ácida de los cristales de sal de Glauber, que es separada y devuelta al baño de hilatura.

10

15

 Para la cristalización de sal de Glauber del baño de precipitación, son convenientes dichos procedimientos en los cuales es refrigerado el líquido por evaporación de agua. Estos procedimientos tienen simultáneamente la ventaja que la instalación de evaporización del baño de precipitación, no es sobrecargada con la cantidad plena de agua que había de ser expulsada antes de introducir según lo expuesto, en forma de baño de precipitación. La Sal de Glauber descristalizada por refrigeración de baño de precipitación y por el procedimiento conocido, puede ser transformada igualmente manteniendo su estado sólido, en sulfato sódico. La Sal de Glauber tiene la particularidad de ceder al aire que no esté saturado de humedad, sulfato de sosa anhidro. Este procedimiento denominado descomposición puede ser acelerado mediante en empleo de aire seco.

20

25

30

 Durante la producción de elementos de viscosa se emplea continuamente, para regenerar el baño de precipita-



ción, ácido sulfúrico concentrado. Según el invento se propone emplear primeramente este ácido sulfúrico, para secar el aire y posteriormente, para reforzar el baño de precipitación. La cantidad de agua absorbida por el ácido sulfúrico, se introduce de esta forma en el baño de precipitación.

5

La deshidratación de la sal de Glauber, manteniendo su estado sólido, puede realizarse al vacío mediante ácido sulfúrico concentrado, o también mediante aire seco en circulación u otros gases. Un tratamiento de esta clase no precisa ser llevado a cabo hasta la eliminación completa de sulfito de sosa anhidro, sino que únicamente hasta tal punto que el secado pueda ser continuado mediante ayuda de aire caliente con un contenido normal de humedad sin que la sal se funda.

10

Debido a que la deshidratación de sal de Glauber se produce endotérmicamente y la admisión de agua o de vapor de agua en ácido sulfúrico resulta exdotérmicamente, ambos procesos se pueden compensar térmicamente. A tal objeto se construirá el aparato de tal manera que la materia rígida y el ácido sulfúrico estén separados por una pared, la cual permite un paso de calor relativamente bueno.

20

También por introducción de estos métodos de trabajo para la obtención de sulfato sódico, inclusive cristalización de la sal de Glauber, la carga de la instalación de vaporización del baño de precipitación no se aumenta con arreglo a la cantidad total de la cantidad de agua que con anterioridad había de ser expulsada como baño de precipitación. La ventaja principal de este proceso de trabajo, según el presente invento, está en la explotación de aparatos que en cualquier fábrica de viscosa existen o se precisan. La sobrecarga de la instalación de vaporización del baño de precipitación a un máximo del

25

30



10 %, es normalmente posible sin ampliación. Na ampliación de la instalación de cristalización y su complemento por una caldera de fusión para la sal de Glauber y una centrífuga del sulfato representan un medio sencillo y económico que aumenta relativamente muy poco los gastos de obtención del producto secundario.

Se ha explicado el presente invento a base de los ejemplos descritos a continuación.

El baño de hilatura de una fábrica de celulosa tiene por ejemplo la siguiente composición:

H_2SO_4	12,4 %
Na_2SO_4	25,2 %
H_2O	62,4 %

15 Solución de sulfato sódico saturado, contiene a 80° C:

Na_2SO_4	30,2 %
H_2O	69,8 %

A la refrigeración a 11° C habrán de ser tratados las siguientes cantidades para obtener 5000 Kgs. Na_2SO_4

20 Baño de hilatura	75 000 kgs.
Solución saturada	<u>20 250 kgs.</u>
Mezcla	95 250 kgs.
Sal de Glauber	<u>25 250 kgs.</u>
Lejía base	70 000 kgs.

25 Frente al sistema de trabajo conocido para cristalizar sal de Glauber del baño de hilatura, se habrá de tener en cuenta un cristalizador para la cantidad 2,22 veces mayor de sal de Glauber, pero sólo para el peso de 1,23 veces mayor de líquido.

30 La lejía base retrocede en el baño de hilatura del cual constantemente circula una parte a través del equipo de concentración.



Para mantener constantemente la composición y cantidad del baño de hilatura habrá de ser expulsada la siguiente cantidad del baño de hilatura:

5	H_2SO_4	2 460 kgs.
	Na_2SO_4	5 000 kgs.
	H_2O	<u>12 390 kgs.</u>
		19 850 kgs.

10 Si se refrigera la mezcla anteriormente mencionada de baño de hilatura de $45^{\circ} C$ y solución de sulfato saturada de $80^{\circ} C$ por vacío a $11^{\circ} C$, se evaporarán aproximadamente

7 590 kgs, de agua

Debido a ello queda una sobrecarga del equipo de concentración de aproximadamente 12 390 - 7 590

15 = 4 800 kgs. de agua.

Frente a un rendimiento conseguido hasta ahora por el equipo de concentración de aproximadamente

50 0000 kgs. de agua

resulta esta sobrecarga tan sólo en un 9,6 %.

20 Durante la fabricación de 100 toneladas de celulosa se precisan 110 toneladas de H_2SO_4 y son expulsadas 155 toneladas de sal de Glauber con 87 toneladas de sulfito densosa anhídrido y se evaporarán para la regeneración del baño de hilatura, 666 toneladas de agua. Si el ácido sulfúrico introducido admite durante la deshidratación de

25 la sal de Glauber manteniendo su estado sólido, 44 toneladas de agua, se rebajará de 96 a 78 % H_2SO_4 . La carga del equipo de vaporización del baño de hilatura aumenta con ello tan sólo en un 6,6 %

REIVINDICACIONES.

5 PRIMERA.- Procedimiento para la obtención de sulfato sódico libre de agua, durante la fabricación de elementos de viscosa, de Sal de Glauber, caracterizado porque el sulfito de sosa anhidro retrocede en el baño de precipitación y es vaporizado de ahí por el procedimiento normal sin saturar por ello el concentrado de sulfato sódico.

10 SEGUNDA.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado, porque la fusión de sal de Glauber, una vez separado el sulfato sódico sólido, es gufado nuevamente a la instalación cristalizadora de sal de Glauber.

15 TERCERA.- Procedimiento, según reivindicación 1, aracterizado porque la sal de Glauber es deshidratada parcial o totalmente manteniendo su estado sólido para aprovechamiento de la particularidad de que la sal de Glauber se descompone y de la higroscopicidad del ácido sulfúrico.

20 CUARTA.- Procedimiento, según reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque la deshidratación se lleva a cabo o se limita a temperaturas que aumentan al reducirse continuamente la cantidad de agua.

25 QUINTA.- Procedimiento según reivindicación 1, 3 y 4, caracterizado porque los tratamientos caloríficos de la deshidratación de la sal de Glauber y de la absorción de vapor de agua en ácido sulfúrico, es aprovechada reciproca y correspondientemente a las características opuestas.

SEXTA.- Procedimiento para la obtención de sulfato sódico, libre de agua, durante la fabricación de elementos de viscosa.

Todo tal y como queda descrito en la presente memoria que consta de siete hojas foliadas, mecanografiadas y escritas por una sola cara.

Madrid a 22 de junio de 1.953.

B.A.