

AÑO 1.959

Expediente núm. 249199



249199

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE Invencion

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** Invencion por 20 años, en España

a favor de

UDIC, S.A. de nacionalidad

Suizo domiciliado en ZUG (Suiza)

calle de Chamerfussweg núm. 27

por:

PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR CELULOSA SOLUBLE DE ALTA CALIDAD.

Nº 13586

Agente Sr. Botello



249 199

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

PATENTE DE INVENCION

EN

ESPAÑA

por veinte años

a favor de UDIC, S. A.

con domicilio en ZUG (Suiza) Chamerfussweg, 27

de nacionalidad Suiza

por "PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR CELULOSA SOLUBLE DE
ALTA CALIDAD".

de la que es inventor, Dr. Erik Hägglund y Dr. Theodor Riehm.

Reivindicándose la prioridad de la Patente depositada en
Suiza el 12 de Mayo de 1.958 bajo el nº 59.415.

249199



Un problema muy importante de la elaboración de celulosa de la madera consiste en que ha de aislarse un volumen cuantitativo de celulosa que sea lo mas elevado posible, pero simultáneamente habrá de separarse igualmente los componentes que no contengan celulosa, sobre todo las pentosanas. Al efectuar la disgregación de la madera con sulfito o sulfato, procediendo a continuación al blanqueo y al tratamiento posterior con alcalies, cierto es que se obtendrá una celulosa con un contenido de celulosa α más elevado que servirá de medida para la pureza de la celulosa, pero en tal caso bajará el volumen de la celulosa α muy fuertemente. Así pues, teniendo en cuenta el estado actual de la técnica solo será posible obtener a base de los procedimientos conocidos de disgregación de la madera-celulosa, p.e. de madera de haya y mediante disgregación con sulfito, un volumen del 32% aprox. de celulosa con un contenido α o lo sumo del 89%. Con todo esto el contenido de pentosanas seguirá siendo elevado.

Bajo otras condiciones de disgregación, como por ejemplo con una prehidrólisis ácida en combinación con alcalies, ciertamente se podrán obtener contenidos α hasta el 92%, es decir empleando madera de haya, pero el caso es que el volumen de celulosa caerá por debajo del 30%, siendo al mismo tiempo el contenido de pentosanas de algunos tantos por ciento.

A base de procedimiento del presente invento, empero, será posible obtener, p. e. de madera, incluso de madera de árboles de hoja caduca, una celulosa de



249199

un contenido α del 97-98% aproximadamente, con un contenido de pentosanas que es solo del 0,2 al 0,7%, que dió el resultado de ser una celulosa-rayón de excelente calidad para la fabricación de seda artificial, celofán y para todos los demás fines de aplicación, en los cuales se emplean las celulosas adecuadas de la mejor calidad. Aparte de la excelente calidad del producto obtenido, dicha celulosa se va obteniendo en un volumen casi teórico en relación con la primitiva substancia seca de la madera.

Según el presente procedimiento la madera es disgregada del modo consabido, o sea bajo las condiciones acostumbradas en la fabricación de la celulosa, obteniéndose en su consecuencia una celulosa de alta viscosidad. Después la celulosa se blanquea - igualmente de la manera conocida - para eliminar los residuos de lignina. Es muy importante que la celulosa quede lo más posible intacta y que no se disgregue. Dicha celulosa fabricada de tal forme será entonces removida con ácido clorhídrico del 30 al 35% y con una temperatura corriente (unos 20° C.), durante 15 ó 60 minutos. Los componentes exentos de celulosa se diluirán en este caso casi por completo, produciéndose una solución de azúcar que contiene HCl. Esta última se separa de modo apropiado de la celulosa, lavándose después la celulosa hasta que se quede libre de ácidos. La solución de azúcar clorhídrica que se va produciendo por otra parte, se podrá aplicar sin dificultad alguna reiteradamente para mejorar la calidad de la celulosa, aumentándose así la concentración

249199-6



del azúcar. Entonces se podrá evaporar la solución de azúcar clorhídrica por ejemplo en un conjunto de aparatos de evaporación de tres escalones, procediéndose entonces a una poshidrólisis de la solución de azúcar que se haya producido, destonizándole y evaporándola para obtener así un almibar limpio y tan claro como el agua, que servirá para múltiples fines de aplicación.

Para aumentar aún más el contenido α y para mejorar la reactividad de la celulosa, será conveniente proceder a un tratamiento con álcali, p.e. con NaOH del 1 al 10%, preferentemente con una temperatura corriente; recomendamos que trabajen en este caso con un hidróxido sódico del 7 al 12% y con un 20^o C.

Como quiera que el ácido clorhídrico, al lavar la celulosa con agua para separar el ácido clorhídrico de la misma se irá diluyendo, habrá de disgregarse de nuevo dicha agua diluyente, al procederse a la recuperación del ácido clorhídrico. Para tal fin se conducirán los vapores, que durante la destilación de la solución de azúcar de ácido clorhídrico se van produciendo bajo vacío, a una columna de material de relleno (1), que está igualmente bajo un vacío de unos 50 mm. de la columna de mercurio. Se conducirá además adentro del cabezal de dicha columna un ácido clorhídrico diluido del 1 al 5%, ácido de lavar.

Entonces se extrae del pie de dicha columna ácido clorhídrico, del 24 al 25%, que será descompues

249199



to en una columna de materia de relleno (II) - que
trabaja bajo presión atmosférica - en gas clorhídri-
co y en ácido clorhídrico del 20% de ebullición cons-
tante. Este último retrocede a la columna I. A cau-
5 sa de la combinación de dichas dos columnas se dis-
gregaran los vapores del vacío del ácido clorhídrico,
que va entrando en la columna I y que proceden de la
evaporación de la solución de azúcar de ácido clor-
hídrico, juntamente con el ácido clorhídrico de lavar
10 diluido, en gas clorhídrico en la columna II y los
vapores de agua, que han de disgregarse, en la colum-
na I. Con ayuda de dicho ácido clorhídrico de la co-
lumna II se podrá entonces fabricar un ácido clorhí-
drico nuevo del 32% para la obtención de nueva celu-
15 losa fina.

Ejemplo 1

Se recalientan virutas de tacos de madera de
haya común con una cuadruple cantidad de ácido de ebu-
llición de sulfito, siendo la correspondiente compo-
20 sición el 1% de CaO y el 6% de SO₂, es decir de forma
que la temperatura máxima sea de los 135° C.

La materia hervida tiene un contenido de ligni-
na que corresponde al número-Roe 2,4 con un rendi-
miento de la ebullición del 45,9% del peso de la ma-
25 dera. Dicha celulosa, que tiene una viscosidad-TAPPI
de 58 cP se blanquea, o sea tratándola con cloro, la-
vado intermedio con alcalies é hipoclorito. Una vez
efectuado el lavado separador el rendimiento de la
ebullición será del 94,9% y la viscosidad-TAPPI 40 cP.
30 Dicha celulosa es tratada de tal forma mediante un tra

249199



bajo continuo con ácido clorhídrico del 32% y con
20% C. que cada partícula de celulosa no entre más
de 15 minutos en contacto con el ácido clorhídrico,
manteniéndose siempre una proporción entre el ácido
5 clorhídrico y la celulosa de 30 : 1. El ácido clor-
hídrico, que ahora es sacarífero y se va escurrien-
do continuamente, se disgrega de la celulosa, obte-
niéndose de aquel de la manera conocida por un lado
una solución de azúcar limpia, clara como el agua y
10 espesa, recuperándose del otro lado la parte princi-
pal del ácido clorhídrico aplicado. Ahora dicho áct-
do clorhídrico es acabado en un ácido clorhídrico del
32% - sin que sufra prácticamente una pérdida sustan-
cial de ácido clorhídrico- juntamente con el agua de
15 lavado clorhídrico que fué obtenida al separar me-
diante el lavado el ácido clorhídrico que subsistió
en la celulosa - en una instalación concentradora de
ácido clorhídrico como hemos dicho anteriormente,
volviéndolo a someter al tratamiento con ácido clor-
20 hídrico de la celulosa dentro del proceso circulatorio.
Este procedimiento consiste en que se va evapo-
rando la solución de azúcar de ácido clorhídrico, que
se haya separado de la celulosa, en un conjunto de
aparatos de evaporación de multipaso, conduciendo los
25 vapores del ácido clorhídrico del último escalón a
una columna de materias de relleno al vacío, conduci-
do a la parte superior de dicha columna de materias
de relleno ácido de lavar diluido que se produce al
lavar la celulosa, extrayendo además de la parte in-
30 ferior de la columna ácido clorhídrico del 24 al 25%

249199



aproximadamente, conduciendo este último mediante una bomba a una columna rectificadora que esté bajo presión normal a una segunda columna rectificadora, disgregando el ácido clorhídrico en dicha columna rectificadora en gases- HCl y en un ácido del aprox. 20%, haciendo volver atrás este último ácido a la columna de vacío mencionada en primer lugar, resuperando así con ayuda del gas-HCl que se ha formado en la segunda columna y con el agua de condensación del ácido clorhídrico de los otros escalones de evaporación un ácido nuevo del 32%, volviendo a conducir este último ácido clorhídrico al ciclo del ácido clorhídrico. La celulosa que está libre de ácido clorhídrico y que se ha obtenido como anteriormente se ha descrito, será tratada con una solución de hidróxido sódico, bajo 20° C. del 8% durante 30 minutos. El rendimiento de celulosa fina es del 86,0% de la celulosa blanqueada o del 37,5% del peso primitivo de la madera. El contenido de celulosa- α de la celulosa obtenida es del 96,2%. El contenido de pentosenas es menos del 0,8%.

Ejemplo 2

Se recalientan virutas de tacos de madera de haya común con una cuadruple cantidad de ácido de ebullición de sulfite, siendo la correspondiente composición el 1% de CaO y el 6% de SO₂, es decir de forma que la temperatura máxima sea de los 135° C. La materia hervida tiene un contenido de lignina que corresponde al número-Roe 2,4 con un rendimiento de la ebullición del 45,9% del peso de la madera. Dicha

249199^{6 MAY}



celulosa que tiene una viscosidad de 58 cP-TAPPI se
blanquea, o sea tratándola con cloro, lavado interme-
dio con alcalies é hipoclorito. Una vez efectuado el
lavado separador el rendimiento será del 94,9% del ren-
5 dimiento de la ebullición y la viscosidad-TAPPI 40 cP.
Dicha celulosa es tratada durante 15 minutos bajo 20°
C. con ácido clorhídrico del 32%. La proporción entre
ácido clorhídrico y celulosa es 30 : 1. Después de ha-
ber separado el ácido mediante lavado, se tratará la
10 celulosa con una solución de hidróxido sódico del 8%
bajo 20° C. y durante 30 minutos. El rendimiento de
celulosa fina es del 85,7% de la celulosa blanqueada
o del 37,5% del peso primitivo de la madera. El con-
tenido de celulosa ∞ de la celulosa obtenida es del
15 96,1%. El contenido de pentosanas es menos del 0,8%.

Ejemplo 3

Se recalientan virutas de tecos de madera común
con una cuádruple cantidad de ácido de ebullición de
sulfito, siendo la correspondiente composición el 1%
20 de CaO y el 6% de SO₂, es decir de forma que la tempe-
ratura máxima sea de los 135° C. La materia hervida
tiene un contenido de lignina que corresponde al nú-
mero-Roe 2,4 con un rendimiento de la ebullición del
45,9% del peso de la madera. Dicha celulosa que tie-
25 ne una viscosidad-TAPPI de 58 cP se blanquea, o sea
tratándola con cloro, lavado intermedio con alcalies
é hipoclorito. Una vez efectuado el lavado separador
el rendimiento será del 96,1% del rendimiento de la
ebullición y la viscosidad-TAPPI 37 cP. Dicha celulo-
30 sa será tratada durante 15 minutos bajo 20° C. con



249199

ácido clorhídrico del 32%. La proporción entre ácido clorhídrico y celulosa es 33 : 1. Después de haber separado el ácido mediante el lavado se tratará la celulosa con una solución de hidróxido sódico del 8% bajo 20° C. y durante 30 minutos. El volumen de celulosa fina es del 84,2% de la celulosa blanqueada o del 37,1% del peso primitivo de la madera. El ácido clorhídrico contiene además un 14% de xilosa. El contenido de celulosa α de la celulosa obtenida es del 96,1%
5
10 El contenido de pentosanas resulta menos del 0,8%.

Al emplear haya blanca se obtendrán - bajo las mismas condiciones en lo demás - contenidos de celulosa α de un 97% aproximadamente y contenidos de pentosanas por debajo del 0,5%; con madera de abedul se alcanzará un rendimiento de celulosa del 39 al 40% y contenidos α del 98 al 99%.
15

N O T A

Se reivindican como propios y nuevos para que sean objeto de una Patente de Invención, en España, por veinte años, reivindicándose la prioridad de la Patente depositada en Suiza el 12 de Mayo de 1.958, bajo el nº 59.415, los puntos siguientes:
20

1.- Procedimiento para fabricar celulosa soluble de alta calidad, caracterizado por tratar la celulosa de alta viscosidad que ha sido elaborada de la manera acostumbrada y sometida al blanqueo que se mencionará a continuación, con ácido clorhídrico del 30 al 35% de HCl con una temperatura corriente de las habitaciones, separando el ácido clorhídrico mediante el lavado e ir evaporando la solución sacarífera
25
30

249199⁶



de ácido clorhídrico, que se haya producido al pro-
ceder a la purificación de la celulosa, preferente-
mente en un conjunto de aparatos de evaporación de
paso múltiple, conduciendo los vapores del ácido clor-
hídrico del último escalón a una columna de materias
5 de relleno que esté al vacío, conduciendo a la parte
superior de dicha columna de materias de relleno áci-
do clorhídrico de lavar diluido, que se produce al
lavar la celulosa, extrayendo además de la parte in-
10 ferior de la columna ácido clorhídrico del 24 al 25%
aproximadamente, conduciendo este último mediante una
bomba a una segunda columna rectificadora que esté
bajo presión normal, disgregando el ácido clorhídrico
en dicha columna rectificadora en gases-HCl y en áci-
15 do del 20% aproximadamente, conduciendo este último
ácido hacia atrás a la columna de vacío mencionada en
primer lugar y recuperando con la ayuda del gas-HCl,
que se ha producido en la segunda columna, y con el
agua de condensación del ácido clorhídrico de los otros
20 escalones de evaporación un nuevo ácido clorhídrico del
30 al 35%, conduciendo este último nuevamente al ci-
clo del ácido clorhídrico.

2.- Procedimiento para fabricar celulosa solu-
ble de alta calidad, según la reivindicación 1, ca-
25 racterizado por someter la celulosa, que ha sido fa-
bricada de la manera acostumbrada, con el subsiguiente
blanqueo de la misma, y tratada con ácido clorhídrico
con una temperatura de las habitaciones, a un trata-
miento posterior con alcalies, preferentemente tra-
30 tándola con hidróxido sódico del 7 al 12%, bajo 20° C.

249199



3.- PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR CELULOSA SOLU-
BLE DE ALTA CALIDAD.

Todo conforme se describe en la memoria que en-
tecede y se reivindica en su Nota.

5 Esta memoria consta de once hojas folladas y
escritas a máquina por una sola cara

Madrid, 6 de Mayo de 1.959

UDIC, S. A.

P. A.

ERNESTO BOTELLA MONTOYA

P. A.