



25 1958

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 LA FABRICACION DE CELULOSA DE
"ALTA CALIDAD".

de la que es inventor, Los Sres. Dr. Alfons Apel y Dr. Theodor
Riehm.

Reivindicándose la prioridad de la Patente depositado
en Suiza el 24 de Octubre de 1.958 bajo el nº 65.414.

251958

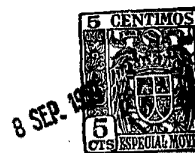


Es conocido el fabricar celulosa de alta calidad pobre en pentosan con el empleo de condiciones de cocción fuertes por solubilización alcalina o ácida. Pero la obtención de una celulosa semejante de alta calidad va siempre a costa de la producción de celulosa pues, con esas condiciones de cocción la celulosa es atacada en parte. Es sabido también, el separar la hemicelulosa antes de la solubilización propiamente de la celulosa por un cocimiento a presión con ácido mineral diluido o con agua. Pero también aquí es atacada la celulosa por lo que este procedimiento apenas ha encontrado entrada en la técnica.

Además se ha propuesto ya también con el fin de conseguir azúcar, el tratar materias con contenido de celulosa ricas en pentosán como, ramaje, mediante ácido clorhídrico acuoso al 28 - 38 % sin recalentamiento adicional, para extraer de estas materias la hemicelulosa. Pero tampoco con estos procedimientos se tiene consideración a la obtención de la celulosa y de la lignina.

Frente a esto se encontró ahora, que en la separación de la hemicelulosa ha de ser conservado el complejo lignina-celulosa, denominado en lo sucesivo Cellolignina, para que por la conservación de la lignina naciente como sustancia de estructura y protección para la celulosa, no se vea disminuido el contenido en α -celulosa. Esta propiedad de la lignina nativa es abarcable por desmontaje oxidativo mediante nitrobenzol y álcali en vainillina o respectivamente

251958



tivamente en vainillin astringoaldehido, en forma comprobable y numérico.

5 Según el invento se extractan materias vegetales con contenido de celulosa, preferentemente madera en forma desmenuzada, a temperaturas entre 15 y 30° C. preferentemente alrededor de los 20° C., con ácido clorhídrico acuoso al 30 a 35 % y la Celluligina obtenida como residuo se convierte en celulosa de alta calidad por solubilización con procedimiento
10 en sí conocido.

Como materias de partida del procedimiento, según el invento, sirven pues materias vegetales con contenido de celulosa, en primera línea madera de fronde o confiera en forma desmenuzada, para lo que
15 el tamaño de las partículas es conveniente no sobrepasen los 15 mms. para no hacer prolongarse los tiempos de reacción insoportablemente.

Estas materias, según el invento, se extractan con ácido clorhídrico acuoso al 30 ó 35 %, para lo
20 que se puede trabajar a intervalos en recipientes removedores o en forma continuada, por ejemplo, en un dispositivo de extracción a contracorriente. Como ventajoso se ha demostrado el emplear para madera de fronde ácido clorhídrico acuoso de unos 32 % mientras
25 que para madera de confiera está indicada una solución algo mas fuerte, un ácido de hasta unos 35 % aproximadamente.

Las temperaturas a emplear en la reacción para la extracción con ácido clorhídrico pueden oscilar
30 lar entre unos 15 a 30° C. pero, una temperatura de

251958



reacción situada por los 20° C. es la mas ventajosa.

Como residuo de esta extracción queda Cellofignina pura, en el que la lignina aún está contenida en estado nativo, como muestra el desdoblaje oxidativo de la Cellofignina mediante nitrobenzol y álcali en vainillina o respectivamente en vainillin siringaldehído. La lignina contenida en la Cellofignina da en el desdoblamiento álcali oxidativo el mismo rendimiento en vainillina o respectivamente vainillin siringaldehído que en la madera no tratada, en cambio se obtiene de lignina que se saca por hidrólisis ácida a temperaturas sobre 100° C., únicamente aproximadamente una cuarta parte del rendimiento antes citado de vainillina o respectivamente vainillin siringaldehído. Como queda demostrado, con ello también se ha asegurado la conservación del contenido en α -celulosa durante la separación de la hemicelulosa.

La producción de celulosa de la Cellofignina lavada y dado el caso secada, se efectúa según uno de los métodos conocidos, por ejemplo, por ebullición con sulfito o sulfato, con lo que se obtiene una celulosa de alta calidad extraordinariamente rica en α -celulosa.

Como consecuencia de la separación de la hemicelulosa consume esta extracción únicamente una fracción de los productos químicos que en otro caso son necesarios para la extractación de la madera.

Ejemplo 1º

100 partes de peso (pdp) de cortadura de hayo.

251958



con unos 10 mms. de largo de fibra fueron tratados con 2.000 partes de volumen de ácido clorhídrico al 32 % durante 8 horas a 20° C. con removimiento ocasional y, después lavadas y secadas. Se produjo 74,2 pdp. de Cellolignina y 21,6 pdp. de azúcar. Este último constaba practicamente de xilosa pura, que cristalizaba facilmente por evaporación y limpieza correspondiente. La lignina contenida en la Cellolignina produjo con la extracción álcali oxidativa el mismo rendimiento de vainillina siringaldehido que la lignina en madera no tratada y por ello se caracterizó como lignina inalterada. El contenido residual de pentosan importó 6,4 % referido al peso de partida de la madera. De la Cellolignina se pudo fabricar una celulosa pura de alta calidad por la ebullición usual con sulfato.

Ejemplo 2º

100 pdp. de cortaduras de abeto con unos 10 mms. de largo de fibra fueron tratados con 2.000 partes de volumen de ácido clorhídrico al 35% durante 4 horas a 20° C. con removimiento ocasional y, después lavadas y secadas. Se produjeron 77,7 pdp. de Cellolignina y 18,4 pdp. de azúcar. La lignina contenida en la Cellolignina produjo con la extracción álcali oxidativa el mismo rendimiento de vainillina que la lignina en la madera no tratada y se caracterizaba por ello como lignina inalterada. El contenido residual de pentosán importó 2,35 % referido al peso de partida de la madera. De la Cellolignina se pudo fabricar una celulosa pura de alta calidad por una ebullición corrien-

251958



te de sulfito.

Ejemplo 3º

En una torre de elevador helicoidal de 300 mms. de diámetro y 4,5 metros de altura, se introdujeron por bajo 4 pdp/h (= cuatro partes de peso por hora) de cortaduras de madera de fronda y fueron elevados por el tornillo sin fin. En la mitad de la torre de elevador helicoidal fluía adicionalmente ácido clorhídrico al 32 % y atravesaba la capa de madera hacia abajo. En el fondo de la torre de elevador helicoidal se extrajeron por hora 7 partes de volumen de ácido clorhídrico con contenido de azúcar. En la parte superior de la torre se separaba entonces el ácido clorhídrico de la Cellolignina, de manera, que era bombeada agua en la parte superior de la torre y en el tercio superior era extraída la solución acuosa de ácido para el lavado. La Cellolignina lavada era extraída y transportada desde el canto superior de la torre y respondía en sus cualidades a la Cellolignina del ejemplo 1º.

Ejemplo 4º

198 partes de Cellolignina (substancia seca) ganada según el ejemplo 3 con 77 % de explotación (referido a la substancia de madera seca), son disociados en un autoclave rotativo con una solución de 40 partes de sulfito de sodio y 8 partes de carbonato de sodio (soda) en 712 partes de agua y se calienta durante 4 horas a 170º. Después de enfriado se filtra la celulosa formada de la leña, se lava y se seca. El rendimiento importa 111 partes = 56 % referido a Cello-

251958



lignina. El contenido en α -celulosa importa el 90 %.
El rendimiento en celulosa sobre madera fresca empleada es de 43 %.

5 De la solución de azucar lograda según el ejemplo 3, se separa el ácido clorhídrico por evaporación, a continuación se decolora la solución de agua sobre resina de decoloración y se desioniza por cambiadores de iones. El rendimiento en azucar pura importa, contado libre de agua, 18,3 %, referido a la cantidad empleada de madera fresca.

10 Según esto importa el rendimiento total, referido a madera fresca, en productos de alta calidad:

	Celulosa	43 %	
15	Azucar puro	<u>18,3 %</u>	61,3 %
			=====

El provecho de celulosa de alta calidad está unido según esto con el lucro de azucar de alta calidad.

N O T A

20 Se reivindicán 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 24 de Octubre de 1958, bajo el nº 65.414, los puntos siguientes:

25 1.- Procedimiento para la fabricación de celuloso de alta calidad, de materias vegetales con contenido en celulosa, caracterizado por el hecho, que las materias con contenido de celulosa desmenuzadas, sobre todo madera, son extractadas a temperaturas
30 entre 15 y 30º C. preferentemente por los 20º C., con

251958



ácido clorhídrico acuoso al 30 a 35 % y que la Celulolignina obtenida como residuo se convierte en celulosa de alta calidad por la conversión de forma en sí conocida.

5 2.- Procedimiento para la fabricación de celulosa de alta calidad, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho, de que las partículas de madera no sobrepasen los 15 mms. aproximadamente.

10 3.- PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE CELULOSA DE ALTA CALIDAD.

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

Esta memoria consta de ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 8 de Septiembre de 1.959

UDIC, S.A.

P.A.

ERNESTO VIELLA MONTOYA

