

255565, 9 FEB 1960



255565

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de RAYONIER INCORPORATED, entidad norteamericana, establecida en 161 East 42nd Street, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR HIDROXIETILCELULOSA".

La presente invención se refiere a la fabricación de hidroxietilcelulosa (HEC), y tiene por objeto un procedimiento perfeccionado para la reacción del óxido etilénico gaseoso con álcali-celulosa para obtener la HEC. La invención proporciona un eficaz procedimiento continuo para tratar un lecho de partículas fibrosas de alcali-celulosa con óxido etilénico gaseoso con el fin de fabricar una forma perfeccionada de HEC que se puede llevar a un eficaz lavado., secado y formación de pellas.

Una de las dificultades de la fabricación de un producto de HEC comercialmente satisfactorio es la de lograr una uniformidad de sustitución del óxido de etileno en la celulosa. Aun cuando esto ha sido posible en el tratamiento de bandas continuas o láminas de celulosa,

255565



primero con hidróxido de sodio para formar álcali-celulosa y luego con
óxido etilénico, no ha existido método satisfactorio para la fabricación
de HEC a partir de un lecho o una masa suelta o ahuecada de partículas
fibrosas de celulosa en una operación continua. Esta invención se base en
5 el descubrimiento de que en un lecho o una masa suelta ahuecada de fibras
de álcali-celulosa, al que se hace avanzar sobre un transportador vibran-
te mientras se encuentra en contacto con el óxido de etileno gaseoso se
efectua una completa penetración de la masa, con un tiempo de retención
controlado, y que da por resultado una reacción uniforme y eficaz.

10 El proceso de la invención hace posible mover continuamente una es-
pesa masa ahuecada de celulosa en partículas, a la que previamente se ha
hecho reaccionar con una solución de hidróxido sódico, poniéndola en con-
tacto de reacción con óxido de etileno para obtener la HEC, y moverla des-
pués a una velocidad lo bastante retardada para efectuar un envejecimien-
15 to o maduración y una eterificación mientras se encuentra en contacto con
el óxido etilénico gaseoso. El sistema de transportador vibratorio utiliza-
do en el procedimiento mueve progresivamente la celulosa a través de la cá-
mara de gases en una multitud de recorridos o carreras que levantan la ce-
lulosa y la dejan caer alternativamente, aumentando y disminuyendo el es-
20 pacio existente entre el material y el transportador. Esto origina una
especie de acción de bombeo o "respiración" que fuerza al óxido etilénico
gaseoso a ir de un lado a otro atravesando la masa de álcali-celulosa en
movimiento.

25 La invención proporciona asimismo un aparato de reacción que compren-
de medios para poner en vibración un material sólido, suelto o ahuecado,
y encerrar los medios de vibración y el material en el interior de una
cámara estanca o hermética a los gases, en unión de medios para la admi-
sión de gas a la cámara, para su reacción con el material.

30 El aparato de la invención comprende un transportador vibratorio
en espiral, de tipo y construcción ya conocidos, montado y accionado en el

2 555 65



interior de una cámara hermética a los gases, tal como una torre, estando dicho transportador dispuesto para mover progresivamente hacia arriba o hacia abajo el lecho de material a poner en reacción con gas, en el interior de la cámara hermética a los gases. La torre está provista de medios para el suministro y la retirada de gas, el control de presión y temperatura, y de la frecuencia de vibración para regular el paso del material sometido a reacción y la "respiración" de un lecho de profundidad dada. En una de sus realizaciones, el aparato comprende dos reactores conectados entre sí en serie, uno en el cual el material se lleva hacia arriba hasta su parte alta y se entrega luego, a través de un conducto cerrado, al fondo del otro reactor para la repetición del movimiento ascendente. Se habilitan válvulas adecuadas de alimentación y entrega, para permitir efectuar diferentes tipos de tratamiento en los dos. Por ejemplo, en el procedimiento de la invención, un transportador puede utilizarse como receptáculo de reacción y el otro para la maduración o despolimerización. Este aparato tiene otros varios usos; por ejemplo, puede emplearse en relación con el proceso de la viscosa, para tratar álcali-celulosa con bisulfuro de carbono, para la xantatación en un receptáculo de reacción y la maduración en el otro.

El dibujo adjunto ilustra más o menos esquemáticamente una disposición de aparato para poner en práctica un proceso completo conforme a la invención, y asimismo un receptáculo de reacción realizado conforme al invento. En el aparato indicado, las figuras 1a y 1b se representan en dos partes, por su longitud; en la realidad, el aparato es continuo.

El aparato ilustrado comprende un dispositivo o conjunto unitario 1 para la conversión de hojas de pulpa de celulosa en álcali-celulosa. Un aparato y un funcionamiento preferidos son los que se describen con mayor detalle en la patente U.S. nº 2.614.102 de Schlosser y Mitchell, fecha 14 de octubre de 1.952. En el procedimiento de dicha patente, la solución de hidróxido sódico impregnante es forzada a pasar a través de

255565



la hoja de pulpa de celulosa P en una operación o tratamiento de maceración que efectúa una conversión uniforme de la celulosa al grado deseado de alcalinización.

5 La hoja de pulpa de alcali-celulosa P, de la cual se ha eliminado la sosa cáustica sobrante por aspiración y prensado, se pasa a un desmenuzador continuo 2 de discos para desintegrar la hoja convirtiéndola en una masa fibrosa que es depositada en el conducto 3 de transportador, del cual pasa, transportado por unos medios mecánicos tales como un tornillo sin fin, a la tolva 4. Se sobrentiende que la álcali-celulosa puede también obtenerse de celulosa fofa, en una operación de maceración hasta 10 obtener una papilla de álcali-celulosa fibrosa que puede pasarse al desmenuzador o depositarse directamente en la tolva 4 para la continuación del proceso. Como se observará, el conducto 3 y la tolva 4 están completamente encerrados para la exclusión de la atmósfera. La álcali-celulosa de 15 la tolva 4 es llevada a través de una válvula rotatoria de alimentación 5, estanca a lo gases, hasta la parte inferior del receptáculo de reacción 6. A este fin puede servir cualquier válvula adecuada del tipo destinado a al alimentación o entrada de un sólido en un conducto o cámara que tenga un gas confinado.

20 El receptáculo de reacción comprende un transportador vibratorio central 7 sostenido alrededor de un árbol central 8 y montado a vibración en la base 9. El dispositivo transmisor de vibraciones 10 está montado en la base, y dispuesto para comunicar o transmitir vibraciones al transportador, a la frecuencia natural y amplitud deseadas. El transportador es 25 en general cilíndrico por el exterior, y está enteramente cerrado en una caja o envoltura de alojamiento como, por ejemplo, una estructura de torre 11, que proporcionar en su interior una cámara hermética a los gases. Un modelo adecuado de transportador espiral vibratorio es el fabricado por la Carrier Conveyor Corporation, de Louisville, Kentucky, U.S.A. Cada uno 30 de estos transportadores tiene en su base 9 un vibrador eléctricamente

255565



accionado, como se ilustra en el receptáculo de reacción 20. El transportador ilustrado es un canalón en espiral, de sección recta rectangular, abierto por arriba, y la celulosa fibrosa P asciende por el transportador debido a la vibración.

5 El receptáculo de reacción 6 tiene una entrada 12 para el óxido de etileno gaseoso, y una salida 13 para este gas, lo que permite hacerle volver a circular a través del sistema, con unos medios adecuados de bombeo (que no se representan). Toda el área que circunda al transportador se mantiene en una atmósfera de óxido etilénico gaseoso, a la presión y
10 temperatura necesarias. El caldeo puede efectuarse calentando el óxido de etileno en circulación, o mediante serpentines de vapor o elementos eléctricos u otros medios usuales en el interior de la envoltura de alojamiento.

La HEC formada en el receptáculo de reacción 6 se saca al conducto 14, desde el cual se lleva, por medio de la válvula 15 hermética a los gases, movida por fuerza motriz, al conducto de alimentación o transporte
15 16 que está provisto de un tornillo sin fin para depositar la HEC en la tolva 17. La válvula 15 impide el libre paso de óxido de etileno gaseoso al interior del conducto 16.

La HEC se hace pasar desde la tolva 17, a través de una válvula 18
20 hermética a los gases, a la parte inferior del receptáculo de reacción 20. Este receptáculo de reacción puede ser semejante al receptáculo 6, y se hace funcionar, en el procedimiento de la invención, para madurar la HEC. Esta maduración se efectúa sometiendo la HEC a una oxidación regulada, con aire u oxígeno mantenido a temperatura adecuada en el interior de la
25 envoltura o torre 21, mediante el suministro de estos gases por la entrada 22. La HEC, adecuadamente madurada, se saca al conducto 23, desde el cual es llevada por medio de la válvula 24 hermética a los gases, movida por motor, al conducto de transporte 25 por tornillo sin fin. La válvula 24 impide el paso de toda cantidad apreciable de gas desde la torre 21 al
30 conducto 25. La HEC madurada se saca a la tolva 26. Desde esta tolva, la

255565



HEC se carga a la velocidad deseada, por medio de la válvula de alimentación 27, en un aparato lavador 28, de preferencia en un lavador centrífugo continuo. Esta operación se efectúa con agua, para eliminar la sosa cáustica residual y los subproductos solubles en agua. La solución cáustica débil procedente de esta operación puede enviarse a la sección de recuperación de sosa cáustica para nuevo uso en la operación de macerar.

La HEC lavada resultante en forma de miga en partículas se pasa a través del transportador 29 y se echa en la tolva 30. De la tolva 30, la miga pasa a través de una máquina 30' de hacer pellas, que comprime el material en pellas relativamente densas y bastante uniformes, de diversos tamaños como, por ejemplo, de 3,2 a 9,5 mm de diámetro. Estas pellas pueden obtenerse por extrusión de la HEC a través de unas matrices hasta obtener varillas que rompen en pequeños trozos durante la extrusión. Las pellas se pasan por el transportador 31 y se echan en la tolva 32, la cual se llevan a través de un secador rotatorio, en el que se secan como una corriente de aire caliente inyectado en el secador 33 por la abertura 34. La operación puede realizarse a la presión atmosférica o a otras presiones proporcionadas por la bomba de circulación (no representada). Las pellas secas se sacan o descargan por el extremo opuesto 35, y el aire caliente cargado de humedad se descarga a la atmósfera en 36. Las pellas puede ser ensacadas para su transporte, o trasladadas a otras operaciones de tratamiento.

Una de las importantes características del procedimiento de la invención es la reacción de las fibras de álcali-celulosa con el óxido de etileno en el receptáculo de reacción 6. En esta operación, un lecho relativamente profundo de las fibras celulósicas P sueltas y ahuecadas se mueve progresivamente y continuamente a través del receptáculo de reacción al tiempo que se encuentra en contacto con el óxido de etileno gaseoso a la temperatura y presión deseadas. La vibración del transportador 7 efectúa el ya conocido movimiento ascendente del material. Este movimiento, ade-

255585

19



cuadramente equilibrado en cuanto a frecuencia y amplitud, hace que el material suba y baje muchas veces por segundo ocasionando una especie de acción de bombeo que da lugar a una profunda penetración del gas reactivo en la masa de fibras, debido a la presión negativa. En otros términos, el gas entre y sale por aspiración a través de la masa muchas veces por segundo, dando lugar a un contacto completo y uniforme de todas las fibras con el gas.

Uno de los objetos de esta invención es el de fabricar pellas de HEC como producto para el transporte y suministro a la industria, para uso en operaciones miniatura económicas, para hilar filamentos, formar hojas u otros productos afines. La operación puede controlarse tanto por lo que se refiere a la maceración con hidróxido sódico como a la eterificación con óxido de etileno, hasta obtener un producto que posee las convenientes características de solubilidad descritas con más detalle en la patente U.S. No. 2.847.411, de Mitchell y otros, de fecha 12 de agosto de 1.958. Como objeto específico, la operación puede efectuarse para lograr la alcalinización uniforme de pulpa celulósica de alto alfa, del tipo que posee longitudes de cadena relativamente uniforme, y el tratamiento de la celulosa alcalinizada con óxido de etileno, para poner en sustitución en la celulosa de un 2% a un 8%, aproximadamente, de óxido de etileno y obtener HEC, que es en esencia totalmente soluble en una solución acuosa de hidróxido sódico al 5%, a unos 0°C, pero que es esencialmente insoluble en agua. Un producto de este carácter tiene la importante característica de ser lavable con agua para eliminar el exceso de sosa cáustica y subproductos, sin disolver ni desperdiciar apreciablemente la HEC. El producto resultante, seco y en pellas, puede disolverse fácilmente en la solución de sosa cáustica diluída para el subsiguiente tratamiento y empleo.

El receptáculo de reacción, 6 a 20, del invento, como ya se ha dicho, consta de un transportador vibratorio 7 encerrado dentro de la envoltura de alojamiento 20 estanca o hermética a los gases. Esta envoltura tiene

255565



una conexión hermética a los gases con el cierre 40 de la base, en 41. La plataforma 42 sobre la cual ha fijo el transportador 7, está conectada a la base 9 por unos órganos de enlace angulares o bielas 43 y unos muelles 44. La leva excéntrica 45 accionada por motor mueve el transportador hacia arriba y hacia abajo, mientras los muelles y las bielas le comunican un movimiento lateral. Tal como se utiliza a los fines de la invención, la amplitud de movimiento puede variar de aproximadamente 6,4 a 25,4 mm, a una frecuencia de 500 a 700 períodos por minuto. La amplitud y la frecuencia pueden ajustarse hasta lograr tanto la magnitud de "respiración" como el tiempo de retención convenientes para el particular equipo, para asegurar que la reacción se efectúa por completo.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 7 de Abril de 1.959, bajo el Número 804.789, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Un procedimiento para producir hidroxietilcelulosa que comprende hacer pasar continuamente una capa de fibras de alcali-celulosa en partículas a través de una cámara que contiene óxido de etileno gaseoso, soportar la capa sobre un transportador vibratorio que somete la capa a una sucesión de impulsos de vibración, levantar la capa y dejarla caer al transportador muchas veces en su paso a través de la cámara, haciendo que el óxido de etileno gaseoso penetre en la capa y reaccione uniformemente con las fibras.

255565



2º.- Un procedimiento según el punto 1º, que comprende hacer vibrar la capa de 500 a 700 ciclos por segundo a una amplitud de 6 a 25 mms.

3º.- Un procedimiento para producir hidroxietilcelulosa.

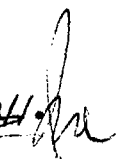
5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

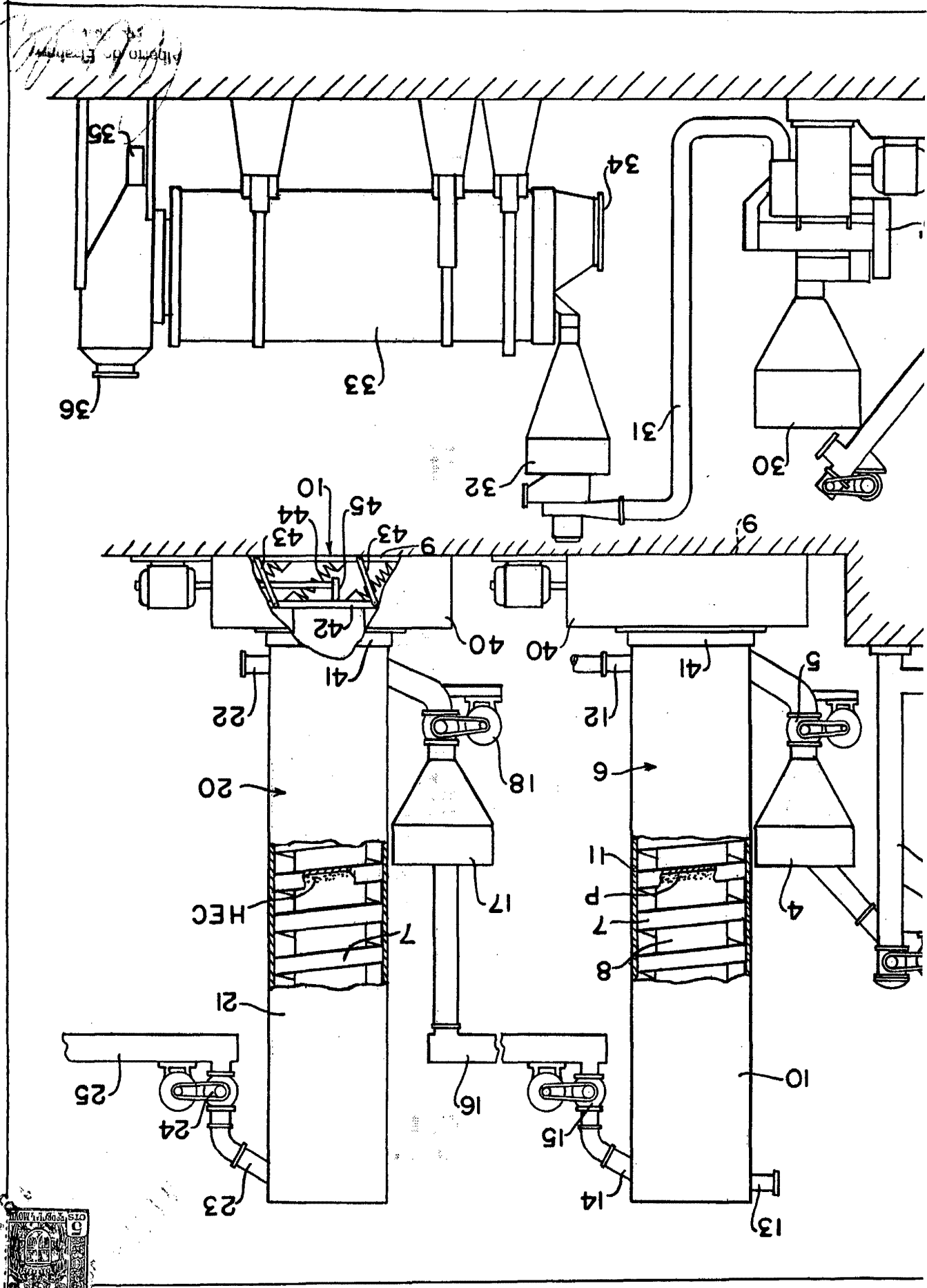
La presente Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 19 FEB. 1960

P. A.

Alberto de Elzaburu
E. de Elzaburu

MCR 



2 55565