

16 OCT. 1963

P.- 24.716

K 2581.54



REHECHA I

288376
288376

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

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

formulada el 25 de Mayo de 1963, con el número 288.376

en

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., Es
tados Unidos de América, por:

"MEJORAS EN LA PURIFICACION DE LA CELULOSA POR ALCALI
CAUSTICO EN FRIO"

Este invento se refiere a la purificación de la
celulosa por alcalí cáustico en frío, y tiene por objeto
la obtención de un tratamiento de purificación cáustica
en frío y un producto de celulosa, mejorados.

5

Este invento se basa en nuestro descubrimiento
de que, dentro de ciertos límites, el efecto de merceriza
ción de las soluciones cáusticas, frías, concentradas, so
bre la celulosa natural tal como la pulpa de madera, pue
de contenerse sin efecto perjudicial sobre su poder disol
10 vente para la hemicelulosa y otras impurezas, incluyendo



288376

o adicionando un borato soluble, a las mencionadas soluciones cáusticas. La celulosa purificada según el invento, retiene de manera sorprendente su estructura primitiva conocida como celulosa I, incluso cuando se la purifica con soluciones cáusticas frías relativamente fuertes, que, normalmente, convierten la mencionada celulosa I en celulosa II, o celulosa mercerizada. Las diferencias entre la celulosa natural (celulosa I) y la celulosa mercerizada (celulosa II), en lo que se refiere a sus propiedades físicas y químicas, así como a sus campos generales de aplicación, son bien conocidas y están descritas en la Bibliografía.

Entre los métodos existentes para determinar la presencia y la cantidad relativa de celulosa mercerizada (Celulosa II), si existe, en una muestra dada de material celulósico purificado, los más comúnmente empleados son los tres siguientes:

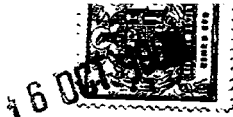
1. Acetilación de una muestra seca del material.

La mercerización hace inactiva la celulosa a la acetilación; cuando la celulosa mercerizada ha sido secada, y, particularmente, cuando se ha secado a temperaturas elevadas, es extremadamente difícil de acetilar por ninguno de los métodos existentes.

2. El índice de "cristalinidad" O'Connor.

El índice de "cristalinidad" O'Connor ha sido descrito por O'Connor, R.T. et al., Anal.Chem. 29, 998 (1957). Cuando se utiliza este método, los espectros de absorción infrarrojo se preparan por el procedimiento O'Connor. La relación entre la absorbancias de los picos a , aproximadamente 1430 cm^{-1} y 890 cm^{-1} , proporciona una

288376



medida excelente del grado de mercerización de la celu-
losa.

3. Determinación del límite de V.I.

5 La mercerización modifica la estructura básica
de la celulosa natural (celulosa I) en la de la celulo-
sa mercerizada (celulosa II). Esto tiene por resultado
un brusco descenso del límite V.I. ordinariamente sin
la correspondiente caída o descenso de V.I. Un brusco
o agudo descenso del límite de V.I. (con o sin el des-
10 censo correspondiente del V.I. regular) permite o pro-
porciona un método sensible y exacto para detectar y me-
dir la mercerización en una muestra de celulosa.

En la purificación cáustica en frío de la pulpa
de madera y otros tipos de material celulósico, la merce-
15 rización se inicia, normalmente, para una concentración
de cáustico de alrededor del 6 al 7 por ciento a la tempe-
ratura ambiente, y se completa sensiblemente a alrededor
del 9 al 12 por ciento. Estos porcentajes pueden elevarse
o hacerse descender por variaciones en origen y tratamien-
20 to previo de la celulosa, así como por variaciones de tem-
peratura. Normalmente, la mercerización aumenta al elevar-
se la concentración y decrece al elevarse la temperatura,
y viceversa. Sin embargo, en conjunto, el campo anterior-
mente indicado se mantiene muy bien para los procesos de
25 purificación por cáustico frío normales, en la forma que
se aplican en la actualidad.

Los procedimientos de purificación por cáustico
frío, que utilizan concentraciones mercerizantes de cáus-
tico (7 a 8 por ciento o más), poseen muchas ventajas
30 cuando se les compara con los procedimientos correspon-

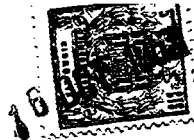
288376



dientes, pero más drásticos, de temperaturas elevadas. A igualdad de otros factores, proporcionan mejor rendimiento de producto de celulosa con mayor contenido alfa, más elevadamente purificada y menos degradada. Las celulosas purificadas de acuerdo con este tipo, son muy utilizadas para xantación, eterificación, etc., en los que la mercerización no es perjudicial para el tratamiento. Al purificar materiales celulósicos con soluciones cáusticas frías, la eficacia de la acción purificadora depende, en gran parte, de la concentración del cáustico frío en la mencionada solución. La experiencia ha demostrado que la acción más eficaz se obtiene con, aproximadamente el 8 al 14 por ciento de cáustico presente en el peso de la solución.

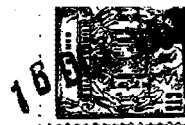
A pesar de las ventajas muy reales proporcionadas por el empleo de concentraciones mercerizantes de cáustico en la purificación por cáustico frío de la celulosa, no ha sido posible usarlas cuando se preparan productos celulósicos secos para fines de acilación. La fibra mercerizada parece que se pone compacta y se encallece, en cierto modo al secarse lo que la hace inactiva con respecto a grupos "acilo" relativamente grandes. Mientras se conocen métodos de desplazamiento de disolvente de acilación "nunca seca" de fibras celulósicas mercerizadas, nunca han encontrado el favor del comercio. Por razones de economía, conveniencia de manejo y estabilidad en el almacenado de las pulpas de madera, bien en hoja o en forma de grumos (ordinariamente sobre los rodillos calientes de una máquina de secar pulpa) éstas se secan siempre antes de su empleo. Este hecho ha regido en el pasado el empleo de la fibra mercerizada en el mercado de la acilación.

288376



Grandes cantidades de tiempo, trabajo y dinero se han gastado en vano, durante años, buscando algún método práctico de vencer el efecto desactivante que ejerce el secado sobre la pulpa mercerizada, para fines de acilación. Siempre se ha encontrado necesario evitar cualquier traza de mercerización. Esto se ha conseguido manteniendo el nivel cáustico, en todas las soluciones cáusticas en frío aplicadas a la fibra, por debajo del 6 al 7 por ciento. La causticidad por encima de dicho nivel, no importa la brevedad del tiempo de contacto con la fibra, tiene un efecto perjudicial sobre la reactividad del producto final hacia la acilación, cuando se seca. Esto es cierto a pesar de la superior acción de purificación del cáustico frío más concentrado y del producto más refinado con su contenido alfa más elevado. El descubrimiento de los solicitantes proporciona el primer paso completo a través de esta barrera. Usándolo, se agregan simplemente iones de borato, bien en forma de boratos solubles, o en forma de ácido bórico a la solución cáustica fría y entonces la concentración total de cáustico pueda elevarse hasta el 10 al 16 por ciento del alcalí titulable total, sin que aparezca el efecto de mercerización sobre la fibra y sin menoscabo alguno de la potencia de purificación, aumentada, de la solución cáustica más concentrada. El procedimiento de este invento conduce al inesperado resultado de producir una pulpa de madera u otro material celulósico purificado por cáustico frío, de elevado contenido alfa, que puede secarse y todavía es utilizable para la acilación eficaz. Por ejemplo: proporciona una pulpa de madera seca, más pura y más elevadamente purificada que se acetila para

288376



formar acetato de celulosa mejorado, con mejor turbidez, mejores color y claridad de lo que ha sido posible obtener con cualquier otra pulpa de acetilación seca obtenida hasta la fecha. Es importante o significativo, también, que el grado de purificación conseguido por la solución cáustica fría más concentrada, no disminuye por la presencia de los iones de borato.

La cantidad de ácido bórico o de borato soluble necesaria para inhibir la acción mercerizante de una solución cáustica fría dada, sobre una celulosa natural dada, varía con la concentración del cáustico en la solución purificadora. Para soluciones cáusticas que contengan 10 por ciento de álcali titulable total, expresado en porcentaje de NaOH, se encontrará que se requiere del 6.0 al 8.0 por ciento de borax, o el equivalente ácido bórico, para evitar la mercerización y obtener todavía una buena purificación. Con concentraciones crecientes de cáustico, se requerirá más borax, o más ácido bórico, hasta que para soluciones que contengan un 16 % de álcali titulable total, puede hallarse presente hasta 25.5 a 27.5 por ciento de borax o el equivalente de ácido bórico. No se precisa otra cosa que la presencia del ión borato en la solución, sin más cambios en la realización del proceso normal. El total de álcali titulable viene definido como la cantidad de álcali, expresada en NaOH, que puede medirse por titulación al pH 7, con una solución ácida normal.

El procedimiento del invento se realiza en el campo de temperaturas de 5° a 50°C, en una solución cáustica que contenga de 10 a 16 % del álcali total titulable, con de 6 a 28 % en peso de un compuesto de boro del grupo

288376



consistente en meta-borato de sodio, borax y ácido bórico, en el que el compuesto de boro se expresa como tetra-borato sódico (borax).

Las soluciones de purificación por cáustico preferidas y ventajosas para el proceso de refinación, del invento, a la temperatura de 35°C se resumen en la tabla siguiente:

10	Total álcali titulable expresado como tanto por ciento de NaOH	Compuesto de boro expresado como tanto por ciento de Borax		
		Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O		
	10	6,0	a	8,0
	11	9,2	a	11,2
	12	12,4	a	14,6
	13	15,7	a	17,8
15	14	19,0	a	21,0
	15	22,2	a	24,2
	16	25,5	a	27,5

Cuando el método se aplica a temperaturas más bajas, la cantidad de compuesto de boro debe aumentarse: y puede disminuirse para temperaturas más elevadas.

Los ejemplos siguientes ilustran las operaciones llevadas a cabo de acuerdo con el invento y las características de los productos resultantes.

25 Ejemplo I.

De un molino de pulpa, se tomó una gran muestra de pulpa de madera al sulfito de grado de disolución, parcialmente blanqueada, de pino del Sur, extraída de la etapa media de la sección de purificación. En el momento en

288376



que esta muestra fue tomada, había recibido el siguiente tratamiento:

5 Digestión de la pulpa a un Tappi V.I. de 8,44 y un Tappi K. No. de 8,6; lavado; tratamiento de cloración y otro lavado; extracción con cáustico diluido caliente (NaOH) y lavado. Sin secar, la pulpa de madera parcialmente blanqueada, se dividió en siete porciones que fueron tratadas en la forma siguiente:

Porción A.

10 Esta parte de la muestra de pulpa fue utilizada como control. Se dio un blanqueado ClO_2 normal y se lavó. Entonces se preparó en hojas de mano sobre un molde de succión y se secó en estufa a 60°C . para ensayos.

Porción B.

15 Esta porción de muestra de pulpa se extractó a una consistencia de 3 por ciento durante 4 minutos, a una temperatura de 35°C utilizando una solución cáustica que contenía 8 por ciento de NaOH en peso de la mencionada solución. La pulpa extractada fue entonces lavada y se le dio el mismo blanqueo ClO_2 , etc, como a la porción A.

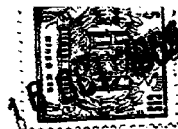
Porción C.

25 Esta porción de la muestra de pulpa fue tratada exactamente igual que la porción B, excepto en que la solución de extracción alcalina al 8 por ciento contenía, además, 2,9 por ciento de borax, con respecto al peso de la solución.

Porción D.

30 Esta porción de la muestra de pulpa fue tratada exactamente igual que la porción B, excepto que el 8 por

288376



ciento de solución alcalina de extracción, aumentó al 9 por ciento de álcali titulable total, con respecto al peso de la mencionada solución.

Porción E.

5 Esta porción de la muestra de pulpa fue tratada exactamente igual que la porción C, excepto en que la concentración de la solución alcalina de extracción se elevó al 9 por ciento de álcali total titulable, y a 3,9 % el tanto por ciento de borax con respecto
10 al peso de la mencionada solución.

Porción F.

Esta porción de muestra de pulpa fue tratada exactamente igual que la porción B, excepto en que la concentración alcalina de la solución de extracción se
15 elevó al 10 por ciento de álcali total titulable con respecto al peso de la mencionada solución.

Porción G.

20 Esta porción de muestra de pulpa fue tratada exactamente igual que la porción C, excepto en que la concentración de la solución de extracción fue el 10 por ciento del álcali total titulable, y el 6,7 por ciento de borax con respecto al peso de la mencionada solución.

25 La tabla siguiente resume los resultados de varios ensayos normales, realizados sobre las muestras de pulpa antes mencionadas, después de haber sido tratadas en la forma indicada.

% NaOH Muestra	Control Ninguno A	8			9			10		
		B	C	D	E	F	G			
V.I. Regular	6,76	6,32	7,36	5,62	7,58	5,30	6,12			
V.I. (Límite)	1,33	1,13	1,18	0,94	1,16	0,78	1,14			
Alfa, %	92,3	95,7	95,3	96,6	95,9	98,0	96,9			
Xilano, %	1,8	0,5	0,8	0,4	0,6	0,4	0,6			
Mánano %	2,2	1,2	1,4	1,1	0,9	0,9	0,8			
Brillo G E	94,5	94,7	94,9	93,8	94,1	93,2	94,7			
Índice de oris- talinidad	2,28	2,58	2,32	1,63	2,50	1,42	2,25			

! 10 !

288376





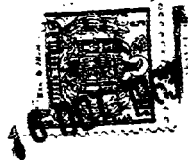
Ejemplo II.

288376

Una gran muestra de pulpa al sulfito, de abeto (o pinabete) de grado especial de acetato, completamente blanqueada, "nunca secada" se obtuvo, y se dividió en seis porciones. Cada porción fue sometida a extracción con una de las soluciones cáusticas expresadas en la tabla siguiente. La consistencia de las extracciones fue del 3 % y la temperatura de 35°C. Después de extractar, cada porción fue lavada con agua hasta neutralidad y se ensayó según su índice de "cristalinidad" y su "límite V.I." por los mismos métodos utilizados en el Ejemplo I. Los resultados se tabulan en la tabla siguiente.

Muestra	Solución de extracción		Índice de cristalinidad.	Límite V.I.
	NaOH %	Borax %		
A	8,0	nada	2,05	0,95
B	8,0	5,3	2,66	0,98
C	10,0	nada	1,59	0,68
D	10,0	6,7	2,50	0,92
E	12,0	nada	0,62	0,55
F	12,0	12,5	1,89	0,90

288376



288376



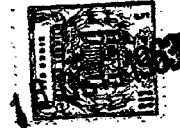
De los resultados anteriores aparece que se ha producido poca o ninguna mercerización en las porciones o muestras de pulpa que se extractaron con mezclas de borato-cáustico, mientras se halló una cantidad muy apreciable de mercerización en aquellas muestras en que no se hallaba presente el borato. La purificación, por tanto, no ha sido afectada de manera adversa por la presencia del borato, hasta un valor apreciable como se muestra para los valores de xilano, mánano y Brillo G.E.

Al determinar el límite de V.I., 0,3 gramos de la pulpa a ensayar fue osterizada (molida a tamaño de partículas finas) y luego hidrolizada durante 35 minutos, en 75 mls de HCl 2.0N a 100°C. La muestra fue después filtrada, lavada con agua y metanol, y secada a 115°C. El ensayo cuene V.I. normal se realiza entonces sobre 0,2 gr de este material.

Al determinar los índices de cristalinidad se preparan discos de KBr mezclando 1,5 mg de muestra con 300 mg de KBr en forma de discos previamente prensados preparados desde KBr Harshaw I.R., grado en polvo. El empleo de discos KBr previamente prensados produjo resultados similares en calidad, a los discos obtenibles de KBr malla 60-80.

La mezcla se molió durante 5 minutos en un "Wig L Bug" se situó en la estampa; se evacuó 5 minutos, y se comprimió 5 minutos a 1.750 Kg/cm² man. Cada disco se atemperó después durante 15 minutos a 105°C. Esto dio lugar a que se volviera opaco. Después de un suave molido en mortero de ágata fue vuelto a prensar, obteniéndose un disco estable y transparente.

288375



El índice de cristalinidad fue calculado de la
absorbancia de las bandas de 1430 a 890 cm^{-1} , determinada
por la técnica de la línea base. Las líneas base para es-
tas dos bandas se trazaron aproximadamente entre los pun-
tos 1400 y 1500 cm^{-1} y aproximadamente entre 850 y 925 cm^{-1}
respectivamente.

Ejemplo III.

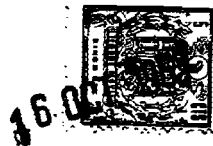
La eficacia del ácido bórico o del borato para
evitar la mercerización del material celulósico y la inac-
tivación del mencionado material con respecto a la acila-
ción, al secarse, se ilustra mediante este ejemplo.

Como material base, se obtuvo de un lavador de
un molino de pulpa una muestra de pulpa de pino del sur,
de disolución al sulfito, de grado comercial, no blanquea-
da, y, sin secar, se sometió a una cloración suave, lava-
do y breve cocción a presión, a 120°C, con solución de
NaOH diluida. Después fue cuidadosamente lavada y dividi-
da en cuatro partes, para blanquear, en la forma siguien-
te:

Porción A. Fue extractada durante 3 minutos, a 30°C, con
una solución NaOH al 9 % y consistencia 2 %. Fue des-
pués blanqueada en una etapa de hipoclorito y una
etapa de bióxido de cloro, en la forma ordinaria,
con lavado cuidadoso entre y después de cada una de
las dos etapas.

Porción B. Extractada a 30°C durante 3 minutos, con una
solución NaOH al 10 % y consistencia de 2 %. Fue des-
pués blanqueada con hipoclorito y bióxido de cloro,
exáctamente igual que la porción A.

288376



5 Porción C. Extractada a 35°C durante 3 minutos con una solución que contenía 10 % de álcali total titulable y 6,7 % de borax. Después fue blanqueada con una etapa de bióxido de cloro, como las porciones A y B, mencionadas anteriormente.

Porción D. Fue tratada exactamente igual que la porción C

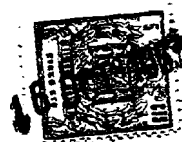
Después de lo anterior, las porciones blanqueadas A, B, C y D recibieron forma de hojas de mano y fueron secadas al aire, para prepararlas para acetilación por un método normalizado, utilizado para determinar el porcentaje de fibra inactiva presente en una pulpa de acetilación. En este método, muestras de fibras cuidadosamente preparadas, que han de someterse a ensayo, son acetiladas en un proceso especificado catalizado por H₂SO₄, sin tratamiento previo, durante 6 horas a 20°C, y luego hidrolizadas al diacetato después de la adición de un inactivador de ácido acético a 30°C durante un período de 88 horas. El producto se diluye después a baja consistencia con acetona, y las fibras no reaccionadas se separan por filtración y se pesan después de un cuidadoso secado. La tabla siguiente compara el tanto por ciento de fibras no reaccionadas en cada una de las muestras anteriores.

Porciones	A	B	C	D
% fibra no reaccionada	3,1	56,2	0,07	0,05

25 Ejemplo IV.

Este ejemplo ilustra la mejora en turbidez y en color que se obtiene mediante el empleo de fibra celulósica que ha sido tratada según el procedimiento de este invento.

288376



Una muestra de pulpa al sulfito de pino del sur, blanqueada, grado acilación, se tomó del último lavador de blanqueo de un molino de pulpa. Sin secar, se dividió en tres porciones, cada una de las cuales fue tratada como sigue:

5

Porción A. Se formó en hojas de mano para acilación y se secó a 60°C, hasta aproximadamente 94,0 % de sequedad absoluta, como muestra de comprobación.

10

Porción B. Fue extractada con una solución conteniendo el 10 % de álcali titulable total y 6,7 % de borax a 35°C, durante 20 minutos y a una consistencia de 3 %. Entonces fue cuidadosamente lavada con agua, se le dio forma de hojas de mano para acilación y se secó a 60°C hasta aproximadamente 94,0 % sequedad absoluta, como antes.

15

Porción C. Fue extractada con una solución que contenía 10 % de álcali titulable total, 6,7 de borax y 0,5 % de cloro activo a 35°C durante 20 minutos y a una consistencia de 3 %. Entonces se le dio forma de hojas de mano para acilación y se secó a 60°C hasta, aproximadamente 94,0 % de sequedad absoluta, de la misma manera que las dos porciones anteriores.

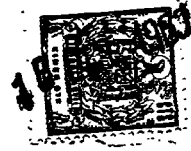
20

Cada una de las anteriores porciones fue acetilada y se determinaron la turbidez y el color, de acuerdo con el método conocido como ASTM Standard D871.

25

Los resultados aparecen en la tabla siguiente:

Porción	A	B	C
Turbidez	55	15	15
Color	370	190	170



2883 78

Ejemplo V.

Se tomó una muestra de pulpa de disolución al sulfito, de pino del sur, grado comercial no blanqueada, del lavador de un molino de pulpa, y, sin secar, se sometió a una débil cloración, lavado, y breve cocción a presión, a 120°C, con solución diluida de NaOH. Luego fue cuidadosamente lavada y dividida en cuatro porciones para blanqueado, en la forma siguiente:

Porción A. Fue extractada a 30°C y 2% de consistencia,

con una solución al 6% de NaOH durante 3 minutos.

Fue después lavada, blanqueada con hipoclorito, lavada, blanqueada con dióxido de cloro y lavada una vez más. Entonces se le dió forma de hojas de mano y se secó a 60°C hasta, aproximadamente, 94,0% secado de estufa.

Porción B. Fue extractada a 30°C y 2% de consistencia

con una solución al 10% de NaOH durante 3 minutos.

Fue después lavada, blanqueada, se le dio forma de hojas de mano para acilación y se secó, exactamente igual que la porción A.

Porción C. Fue extractada a 30°C y 2% de consistencia,

con una solución que contenía el 10% de álcali total

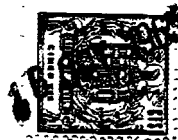
titulable, y 6,7% de borax, durante 5 minutos. Fue después blanqueada, lavada, formada en hojas de mano para acilación, y secada, exactamente igual que las porciones A y B.

Porción D. Fue extractada a 30°C con una solución al 12%

de álcali titulable total, 12,4 de borax y 0,5% de cloro activo (referido a la pulpa) durante 60 minutos,

a una consistencia de 12%. Fue después lavada

28837A



y blanqueada con bióxido de cloro, lavada, formada en hojas de mano y secada para acilación, a 60°C, como en los casos anteriores.

Cada porción de pulpa blanqueada, fue entonces acetilada, mediante un método normal adaptado o tomado del artículo de C.V. Malm, Ind. and Eng. Chem. 38, 77 (1946).

Los resultados se comparan en la tabla siguiente:

Porción	A	B	C	D
Triacetato				
10 Turbidez	0,317	0,135	0,073	0,071
Color	0,007	0,024	0,037	0,020
Diacetato				
Turbidez acetona	0,183	0,136	0,126	0,108
Color acetona	0,051	0,048	0,045	0,037
15 Turbidez DMF	0,068	0,066	0,053	0,029
Color DMF	0,056	0,044	0,025	0,037
Color disco	0,307	0,272	0,237	0,227
Efecto falso cuerpo %	85	62	54	66
Valor de atascamiento gms.	98	146	227	234

La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 25 de Febrero de 1963, bajo el número 260.822, 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 pre

288376



sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.- Mejoras en la purificación de la celulosa por álcali cáustico en frío, que comprenden incluir en la solución cáustica un compuesto de boro del grupo formado por el metaborato sódico, el bórax y el ácido bórico, en cantidad suficiente para impedir la mercerización de la celulosa.

10 2.- Mejoras en la purificación de la celulosa con alto contenido alfa, a partir de material celulósico sin blanquear o parcialmente blanqueado, por medio de un proceso de purificación en varias etapas, en el que la etapa de purificación por álcali cáustico en frío comprende someter dicho material celulósico a una solución cáustica
15 acuosa a una temperatura de 5° a 50° C que contiene de 10 a 16 % en peso de álcali valorable total y de 6 a 28 % en peso de un compuesto soluble de borato del grupo formado por el metaborato sódico, el bórax y el ácido bórico; es-
20 tando esta cantidad de borato expresada como tetraborato sódico.

3.- Mejoras de acuerdo con el punto 2, según las cuales el material celulósico es pasta de madera.

25 4.- Mejoras en la purificación por álcali cáustico en frío de pasta de madera celulósica para producir celulosa no mercerizada, que comprende someter la pasta de madera a un tratamiento de purificación a una temperatura de unos 35°C en una solución cáustica de acuerdo con la siguiente tabla:

288376

16 OCT.



Alcali valorable total
expresado como % de NaOH

Compuesto de boro expresado
como % de bórax $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

	10	6,0	a	8,0
	11	9,2	a	11,2
5	12	12,4	a	14,6
	13	15,7	a	17,8
	14	19,0	a	21,0
	15	22,2	a	24,2
	16	25,5	a	27,5

10

5.- Mejoras en la purificación de la celulosa por
álcali cáustico en frío.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede y para los fines que se han especificado.

15

Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a má-
quina por una sola cara.

Madrid,

16 OCT. 1963

P. A.
Alberto de Eizaburo
Por Poder.