

314525



PATENTE DE INVENCION

314525

=====

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"PROCEDIMIENTO DE SACARIFICACION DE LA HEMICELULOSA DE MADE-
RA U OTROS MATERIALES DE PARTIDA POR PERCOLACION A PRESION
CON ACIDOS DILUIDOS, ASI COMO PARA EL TRATAMIENTO ULTIMOR
DE LAS SOLUCIONES SACARICAS OBTENIDAS Y DEL RESIDUO COMPUES-
TO EN ESENCIA DE CELULOSA Y LIGNINA".

Solicitante: Dr. HANS STOHR, como Apoderado Testamentario
de la Herencia Yacente de D. HEINRICH SCHOLLER
ERBEN (fallecido), de nacionalidad alemana, -
residente en GASPARISTRASSE 7, MUNCHEN-SOLLN
(Alemania).-

Inventor: Dr. Ing. Heinrich Scholler Erben.

--

314525



225

5. El presente invento se refiere a un procedimiento para la sacarificación de la hemicelulosa de madera u otras materias de partida por percolación a presión con ácidos -- diluídos en percoladores con cono filtrante inferior, así -- como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto esencialmente de celu-
10. losa y lignina. El nivel de la técnica en este campo se pre- prende principalmente de la patente alemana 640.775. Según ella, la hidrólisis de la hemicelulosa y de la celulosa de madera se hacía principalmente en régimen continuo, aunque a diferentes temperaturas durante el desarrollo del empuje, y en los períodos entre dos empujes, entre los cuales se in- tercalaba un calentamiento. La celulosa estaba ahí constante-
15. mente saturada de una solución de ácidos minerales débiles, de preferencia ácido sulfúrico.

Con el fin de mantener dentro de límites tolerables la descomposición del azúcar formado y existente en el per- colador, se tenía que percolar con cantidades de líquido re- lativamente grandes, resultando de ahí soluciones sacáricas
20. relativamente flúidas del 5,1 % de azúcar reducida o 4,3 % de azúcar fermentable como máximo con un rendimiento del -- 53 % de azúcar red.

El conocido procedimiento de hidrólisis previa de madera de haya seguida de la recuperación de celulosa alfa
25. por lavado alcalino de la lignina, también adolece del in- conveniente de unos elevados gastos de concentración por - evaporación del prehidrolizado obtenido, y también de la - solución de lignina alcalina resultante.

El presente invento se ha propuesto la tarea de po-
30. ner a punto un procedimiento que permita reducir mucho más todavía que hasta ahora la descomposición del azúcar, de no-

314525



22

do que con idéntica concentración de las soluciones sacáricas puedan conseguirse rendimientos más elevados o de preferencia, a igual rendimiento, soluciones sacáricas bastante más concentradas con el fin de abaratar el siguiente tratamiento para llegar al producto final, que sólo así alcanza importancia económica. De forma análoga debería aumentar también la rentabilidad de la obtención de celulosa alfa a continuación de una hidrólisis previa de la hemicelulosa.

5. Esto se soluciona según la idea del invento llevando a cabo la hidrólisis de la hemicelulosa por lo menos de dos períodos consecutivos, consistente cada uno en las siguientes medidas:

10. a).- adición de una llamada carga de reacción de ácido diluido con una concentración de iones hidrógeno equivalente a 1 - 2,5 % H_2SO_4 y a una temperatura de unos 90 a 100°C, al material de partida precalentado por lo menos hasta unos 100°C hasta su saturación con líquido adherente.

15. b).- Calentamiento de la carga de material saturada conforme al punto a) de líquido ácido hasta la deseada temperatura de reacción de 120 a 145°C, de preferencia 135 a 140°C, medida en la parte superior del percolador, y mantenimiento de esta temperatura durante 15 a 60 minutos.

20. c).- Lavado del azúcar formada con arreglo al punto b) por una serie de pasadas de lavado a unos 90 a 100°C, las cuales consisten parcialmente en eliminaciones de lavado de una percolación anterior con concentración de azúcar que va disminuyendo por orden, y finalmente en agua, y se hacen a temperaturas reducidas o decrecientes, en donde la o las eliminaciones procedentes de la o las primeras pasadas de lavado del primer período se acaban de tratar con la máxima con-

25.

30.

314525



2

- centración de azúcar al estado de producto final, y las demás eliminaciones se almacenan para volverlas a emplear como pasadas de lavado en otro período o en la siguiente percolación, y porque el residuo que contiene en esencia celulosa y lignina, o bien
5. d).- es tratado en condiciones de reacción mucho más afinadas, bajo hidrólisis simultánea de la cantidad principal de celulosa en otros varios períodos con medidas análogas a a) hasta c), pero mediante mayor concentración de ácido y/o temperaturas de calentamiento y/o tiempos de reacción de las cargas reaccionantes, en donde de forma asimismo análoga se acaban de tratar al estado de producto final las primeras eliminaciones de dextrosa relativamente concentrada resultante del punto c), y las restantes eliminaciones resultantes -
- 101 15. por el punto c) se conservan para su empleo ulterior como cargas de lavado en otro período o en la siguiente percolación y se obtiene un residuo compuesto esencialmente de lignina, - o bien
20. e) para la recuperación de celulosa alfa es sometido a un lavado alcalino en sí conocido de la lignina.
- Según la idea del invento es ahí ventajoso, antes de proceder a la adición de la carga reaccionante del primer período en el percolador que contiene el material de partida, evacuar el aire existente en el percolador y calentar el material por aportación directa de vapor, de preferencia desde abajo, por lo menos a 100°C hasta 130°C.
25. Para la distribución uniforme del vapor en la torta de relleno durante el calentamiento de las cargas reaccionantes y, en caso dado, también entre cada una de las pasadas de lavado hacia el final de la respectiva fase de lavado (c) es esencial, que en el calentamiento de la carga del percolador se ajuste entre la boca de entrada de vapor en el cono filtrante y la parte superior del percolador una diferencia de presión por lo menos de 0,5 at y, como máximo de 3 at.
- 30.

314525



De esta manera se asegura al mismo tiempo que el líquido de lavado circule desde arriba pasando uniformemente a través de la torta de relleno y que entre en los recintos llenos de vapor condensando a éste al mismo tiempo.

5. En la salida de las eliminaciones de lavado del cono filtrante inferior del percolador es también importante, procurar que las eliminaciones de líquido que se sueltan a presión por el cono filtrante salgan reguladas con una diferencia de presión de 0 - 0,5 at - subiendo en el curso de unos 10. 15 minutos - entre la parte superior del percolador y el conducto de empalme en el cono filtrante.

15. Si la diferencia de presión entre la parte superior del percolador y la boca de salida en el cono filtrante llega a ser demasiado grande, es decir mayor que 0,5 at, existe entonces el peligro de que la torta de relleno se comprima hasta el punto que no sea ya posible la percolación de líquido.

20. Aquí, para simplificar la evacuación de las eliminaciones, tiene particular ventaja según la idea del invento conservar la presión en el conducto de empalme del cono filtrante, al menos correspondiendo a la presión de vapor saturado que corresponde a la temperatura que ahí predomina, de preferencia algunas décimas de atmósfera más elevada, regulando debidamente la aportación de vapor en la parte superior 25. del percolador.

30. De esta manera, por una parte se evita que se evapore parte del líquido al salir éste del filtro y que se hinche adquiriendo mayor volumen - lo cual retardaría naturalmente la salida - y, por otra, que haya demasiado diferencia de temperatura entre el vapor impelido desde arriba y la tor-

314525



ta de relleno saturada de líquido.

5. Si en el percolador se forma una presión bastante mayor, por aportación de vapor en la parte superior de aquél, de lo que corresponde a la temperatura de ebullición de la eliminación expulsada, cuanto mayor es la presión más grande es entonces el peligro de una condensación prematura del vapor en la torta de relleno, por lo que no tiene ya lugar ninguna opresión ulterior sobre la superficie líquida que se ajusta dentro de la mencionada torta y, por consiguiente, se demora la evacuación de la eliminación.

10. Según la idea del invento es asimismo esencial que la temperatura de las cargas que entran en el percolador quede siempre por lo menos 10°C , de preferencia 20 a 40°C y más, por debajo de la temperatura en la parte superior del percolador o en la carga existente en este último. De esta manera por una parte se reduce la temperatura que existe en el percolador y, por otra, el extracto concentrado es traspasado intensivamente desde los poros al líquido de la carga que rodea las partículas, por el vapor distendido formado en las respectivas partículas del líquido adherente, por lo que el vapor que rodea el material antes de la entrada de la carga tiene que ser condensado por la carga líquida, las llamadas cargas reaccionantes no tiene más misión que la de ir reponiendo ácido nuevo en la torta de relleno al objeto de que la hidrólisis avance un paso más. Según el invento es ahí esencial seguir utilizando el líquido de baja concentración ácida desplazado por la carga reaccionante que entre en el percolador y que es expulsado como -- eliminación y sólo contiene poca cantidad de azúcar, precisamente para conservar la eliminación que en un período de hidrólisis de la hemicelulosa sale del percolador después de añadir

15.

20.

25.

30.

314525



la carga reaccionante, y después de ajustar la deseada concentración ácida volverla a emplear como carga reaccionante para otro período.

5. En la hidrólisis de la celulosa, según la idea del invento se conserva la eliminación que después de la adición de la carga reaccionante sale del percolador en el curso de un período de hidrólisis de la celulosa, y después de graduar la deseada concentración ácida se la emplea como carga reaccionante para otro período, en donde la primera carga reaccionante de la hidrólisis de hemicelulosa se compone de dos eliminaciones por lo menos de una carga reaccionante, y en caso
10. dado de una carga de lavado.

De esta manera se consume todo el exceso de líquido procedente de las cargas de reacción para la humectación y la saturación del material de partida.
15.

La hidrólisis de celulosa se lleva a cabo según el invento aplicando a cada período de la misma una concentración de iones hidrógeno de la carga reaccionante correspondiente al 2 - 5 % H_2SO_4 , y un tiempo de reacción de 30 a 90 minutos en cada uno, ajustando en el primer período una temperatura de calentamiento de 180 a 160°C y, en los siguientes, una -
20. de 195 a 165°.

Se ve pues, sorprendentemente, que con tiempos de hidrólisis relativamente cortos es ya posible disociar la -
25. celulosa en moléculas solubles de azúcar, mientras que para la extracción de estas moléculas de cada una de las partículas se necesita más tiempo - sobre todo para poder obtener el azúcar en una concentración lo más alta posible. Para - ello, según la idea del invento, precisamente hay que suprimir la reacción de la hidrólisis y la descomposición del azú-
30.

314525



car bajando la temperatura y disminuyendo en la medida correspondiente la concentración ácida. A veces, en determinados materiales de partida puede bastar solamente un descenso de temperatura o también sólo la correspondiente disminución de la concentración ácida al lavar el azúcar que se ha formado.

5. Se propone ahora según el invento un procedimiento análogo también para el lavado alcalino de lignina con el fin de obtener celulosa alfa. Tiene que llevarse a cabo por lo menos en un período análogo a la hidrólisis de hemicelulosa, que consiste en:

10. a).- Adición de una carga reaccionante con la cantidad principal del alcali necesario para la disgregación, de composición conocida, con una temperatura de unos 90 a 100°C, al residuo que queda después de la hidrólisis de hemicelulosa para su saturación con solución de ataque alcalino.

15. b).- Calentamiento de la carga saturada según el punto a) con solución de ataque hasta la deseada temperatura de reacción de 120 a 145°C, medida en la parte superior del percolador, y conservación de esta temperatura durante 30 a 90 minutos.

20. c).- Lavado de la lignina alcalina formada según el punto b) mediante una serie de cargas de lavado de aproximadamente 90 a 100°C, compuestas parcialmente de eliminaciones de lavado de una percolación precedente con concentración de lignina alcalina decreciente por orden y, finalmente, de agua, en donde la o las primeras eliminaciones de lavado se recuperan como solución de lignina alcalina relativamente concentrada para el tratamiento ulterior.

25. Según la idea del invento es aquí una ventaja si a la o las primeras cargas de lavado según el punto c) se añade todavía una parte de las cantidades de álcali reciente neces-

30.

314525



22

rio o para la disgregación. Para el tratamiento de las fracciones de solución obtenidas con el fin de llegar al producto final ha resultado según la idea del invento muy ventajoso un procedimiento, el cual se caracteriza porque las fracciones de solución de azúcar de madera debilmente ácidas a transformar en el producto final se neutralizan con carbonato cálcico, en caso dado añadiendo de paso hidróxido cálcico, con el yeso formado se concentran por evaporación hasta 20 - 30 %, se las deja libre de yeso y luego se vuelven a concentrar por evaporación por lo menos hasta el 50 % de contenido de azúcar.

Aquí, según sea la finalidad prevista de las soluciones, es conveniente hacer un tratamiento con cambiadores de iones después de la primera concentración por evaporación y de la separación de yeso. Además, con o sin el tratamiento con cambiadores de iones, puede ser ventajoso añadir un tratamiento con resinas decolorantes después de la concentración previa y separación de yeso, así como después de un eventual tratamiento con cambiadores de iones. Al objeto de proteger los cambiadores de iones relativamente caros y/o las resinas decolorantes de las impurezas evitables, es también ventajoso hacer un tratamiento previo con bentonita o alúmina o, de preferencia, con lignina, en caso dado después de su preparación. Luego se separa por precipitación el purificador previo relativamente barato contaminado de impurezas, o sea la bentonita, alúmina o, de preferencia, lignina.

Según la idea del invento ha resultado también particularmente ventajoso lavar el residuo de lignina que queda después de la hidrólisis de la cantidad principal de celulosa, secarlo lo más posible, de preferencia después de ser elimina-

314525



do del percolador, y molerlo, y destinarlo después como constituyente de forraje.

5. Según el nuevo procedimiento, la lignina está mucho menos recargada de productos de descomposición de azúcar, - por lo que su actividad superficial es como un 50 % mayor - que la de la lignina resultante según la patente alemana -- 640.775. La elaboración de la lignina es, por lo tanto, mucho más sencilla que hasta ahora.

10. La lignina puede servir ventajosamente de sustancia de soporte para soluciones sacáricas de las distintas fracciones, o para productos del tratamiento ulterior, tales como xilita y sorbita.

15. Se sugiere, pues, agregar a la lignina preparada, antes de su empleo como constituyente de forraje, azúcar -- mixta de la hidrólisis de hemicelulosa de madera de pino -- después de la correspondiente concentración por evaporación y/o agua madre de la cristalización de la solución de dextrosa obtenida por la hidrólisis de la celulosa de madera de pino y/o de fronda.

20. Además, para fines especiales, puede interesar el añadir a la lignina preparada, antes de su empleo como constituyente de forraje, un alcohol de azúcar obtenido del hidrólizado de la hemicelulosa de madera de fronda, en particular de madera de haya, por hidrógenación, en particular xilita, 25. y/o un alcohol de azúcar, en particular sorbita, obtenido por hidrógenación a partir del hidrólizado de celulosa de madera de pino o de fronda, y agregar asimismo a la lignina, preparada, antes de su empleo como constituyente de forraje, un alcohol de azúcar mixta, compuesto principalmente de manita, 30. obtenido por hidrógenación a partir del hidrólizado de hemi-

314525



celulosa de madera de pino. Según el invento es igualmente ventajoso añadir a la lignina preparada, antes de su empleo como constituyente de forraje, sustancias activas tales como vitaminas, trazas, enzimas y/o antibióticos.

5. Para poner en práctica el procedimiento se sugiere según el invento un dispositivo que está caracterizado porque para uno o varios percoladores con cono filtrante inferior se ha provisto un número de cubas acumuladoras con mecanismo agitador correspondiente a la cantidad de cargas de reacción con diferente concentración de ácidos y/o de álcalis, y para cada período de la hidrólisis de hemicelulosa y de la hidrólisis o de la disgregación de celulosa una batería de cubas acumuladoras correspondiente a la cantidad de cargas de lavado necesarias con conductos de cierre superiores a empalmar a cada percolador, por intermedio de un recipiente de expansión, y conductos de empalme inferiores con cierre a través de una motobomba para cada percolador.

10. Según otra característica es ahí ventajoso que el conducto de vapor de escape desde los recipientes de expansión en el ó los acumuladores de agua de lavado esté directamente en comunicación con el precalentamiento de agua.

15. Por último, según la idea del invento es conveniente prever para graduar la concentración de ácido o de álcali en las cubas acumuladoras de cargas de reacción, por lo menos un depósito para solución concentrada de ácido o álcali con dispositivo dosificador comunicado con las respectivas cubas acumuladoras.

20. La dosificación de ácido o álcali puede hacerse, en ocasiones, de forma ventajosa directamente en el conducto de presión de la bomba reguladora de la cantidad constante de -
- 25.
- 30.

314525



223

5. cargas reaccionantes en el percolador, mediante una bomba de presión regulada a una de las concentraciones necesarias en la carga. Las bombas de líquido de percolación están así muy protegidas contra la corrosión, pues la concentración de ácido en las porciones eliminadas es siempre escasa y el ácido concentrado está frío.

A continuación se describe un ejemplo de realización del procedimiento sugerido por el invento, a base del adjunto dibujo esquemático.

10. Ejemplo de realización

Un percolador 1 de unos 110 m³ de capacidad útil -- está dotado de un obturador rápido superior y una válvula de admisión superior 3 para líquido de percolación y 4 para vapor., con un cono filtrante inferior 5 que en altura está dividido en dos partes, y con conductos de empalme independiente 6 y 7 para la admisión de vapor a través de las válvulas 8, 9 y 10 y la salida de líquido a través de la válvula 11 o de la válvula reguladora 12, así como con un registro de vaciado inferior 13, con acometida de vapor 14 a través de la válvula 15 correspondiente a una toma de vapor 16 instalada más arriba.

20. Con el registro de vaciado 13 comunica mediante un codo 17, un ciclón 18 que sirve para la separación de la lignina expulsada. Debajo del ciclón existe un vehículo transportador 19 para llevar la lignina a la instalación de acondicionamiento. Para medir la presión en la parte superior del percolador se ha instalado un manómetro registrador po, y otro manómetro pu en el conducto de empalme inferior 7. Para medir la presión diferencial sirve un instrumento registrador pd. Luego la temperatura de las soluciones que salen por abajo se miden y registran con un termómetro a distancia tu. Todos los instru-

314525



mentos de medida y control están reunidos en una central de mando (no representada), por lo que toda la instalación puede ser manejada por un operario y un auxiliar.

5. Desde la válvula reguladora 12 un conducto 20 va a parar a un recipiente de expansión 21. En él, las porciones de líquido eliminadas que salen a presión del percolador son expandidas aproximadamente hasta presión atmosférica. El vapor expandido es evacuado por el conducto 22 y, el líquido - expandido, por el conducto 23.
10. Para la preparación o acumulación de las cargas reaccionantes se han previsto tres cubas 24, 25 y 26 con agitador mecánico, Para la acumulación de las cargas de lavado del primer o segundo periodo de la hidrólisis de hemicelulosa sirven las cubas A 1 - 5 o B 1 - 4. Para la acumulación de las cargas de lavado del primer o segundo período de las hidrólisis de celulosa sirven las cubas C 1 - 4 ó D 1 - 4. Todos los conductos 27 a 30 dotados de cierre están comunicados al conducto 23 para todas las cubas.
15. Los conductos con cierre para evacuación de líquido 31 a 34 están comunicados por abajo a todas las cubas, y a través de bombas 35 a 38 y del conducto 39 van a parar al percolador por intermedio de la válvula 3. Por lo menos 1 cuba de cada batería B - D tiene una acometida 40 para el agua de lavado. Además en cada una de estas cubas existe un serpentín de admisión de vapor con acometida de cierre al conducto 22 del recipiente de expansión 21. En el conducto 22 se puede empalmar todavía una válvula reductora de vapor de escape 41 para otros servicios con este vapor, por ejemplo en un motor.
20. Por último se ha previsto todavía, por lo menos, una cuba 42 con mecanismo agitador para la acumulación y, en caso
- 25.
- 30.

314525



22

dado, la mezcla de ácido nuevo con conducto distribuidor 43 para las cubas 24 a 26.

Con semejante equipo, el procedimiento sugerido por el invento puede ahora realizarse de la siguiente manera:

5. Unos recortes de madera de haya con un contenido de sustancia seca del 30 % se echan en el percolador, análogamente a como se hace también en la industria de celulosa. Primeramente se puede introducir en el una carga de recortes, luego comprimirla desde arriba y rellenarla con vapor de 1 a 4
10. atm, con el fin de conseguir una empaquetadura compacta del material de partida. La presión se rige ahí por el peso de la primera carga, y tiene que ser tanto más alta cuanto menor sea ésta.

Durante el prensado con vapor desde arriba está abierta una válvula de vapor de escape 7a existente en el conducto

15. de empalme inferior 6 ó 7. Una vez completada la carga se cierra la tapa superior de obturación rápida y la válvula inferior de vapor de escape 7a. El aire que existe todavía en el percolador es evacuado hasta unos 40 Torr, después de lo
20. cual por admisión de vapor desde abajo a través de las válvulas 8, 9 y 15 se calienta la carga, la presión en el percolador se gradua aproximadamente en 1 atm.abs. y seguidamente, a esta presión, abriendo un poco una válvula de vapor de escape superior 4a, se hace pasar durante unos minutos de abajo a
25. arriba vapor a través de la carga, con el fin de eliminar las últimas inclusiones de aire y conseguir un calentamiento uniforme de la torta cargada. Se inicia ahora la hidrólisis previa de la hemicelulosa de los recortes de madera de haya con su 1^{er} período a) por introducción de la primera denominada
30. carga reaccionante de unos 45 m³ de solución sulfúrica al 1,2

314525



5. % a 90 - 100°C. El exceso no absorbido por el material es soldado de nuevo por los conductos de empalme 6 y 7 con distribuidor 11 y 12, el conducto 20 y el recipiente de expansión 21 para que vuelva a la misma cuba acumuladora 24, de la que antes había sido trasegada al percolador con la bomba 35 y el conducto 39; b) a través de las válvulas 8, 9, 10 y 15 se inyecta seguidamente vapor en el percolador y se calienta la carga hasta que un manómetro instalado en la parte superior del percolador indique una presión de vapor saturado, correspondiente a una temperatura de 140°C. Esta temperatura se conserva entonces durante unos 15 minutos regulando debidamente la válvula de vapor 18.

15. c).- Ahora se lleva a cabo la extracción del azúcar formado a partir de la hemicelulosa durante el período de calentamiento precedente, por una serie de cargas de lavado interrumpiendo de paso la reacción de formación de azúcar por dilución con agua o evacuación de la solución ácida adherida al material y descenso de la temperatura, con lo que se reduce correspondientemente la velocidad de descomposición del azúcar formado o existente en el percolador.

20. Al objeto de obtener la solución sacárica con la mayor concentración posible, la primera carga de lavado de 30 m³ de agua tiene ya un contenido de extracto de 2,6 t de la anterior percolación (fracción eliminada de la 1ª carga de lavado del segundo período de la hidrólisis de hemicelulosa). La

25. carga transportada al percolador a 90 - 100°C desde la cuba acumuladora B 1 mediante la bomba 36 y la tubería 39 origina un rápido descenso de temperatura o de presión en el percolador hasta unos 120°C. Esta disminución de temperatura corresponde a una reducción de la hidrólisis aproximadamente hasta

30.

314525



una cuarta parte. La concentración de ácido es por lo menos promediada por la carga de agua, y en consecuencia, la velocidad de la hidrólisis y de la descomposición del azúcar se reduce en total aproximadamente a una décima parte.

5. Después de la expulsión de 31 m^3 (incluido el condensado) con 3,7 t de extracto por el filtro montado en el cono inferior, por los conductos de empalme 6 y 7 con las válvulas 11 y 12 a través del conducto 20 y del recipiente de expansión 21, así como a través del conducto 27 en la cuba A 1, se incorpora en el percolador 1 una segunda carga de lavado de 28 m^3 con 2,3 t de extracto desde la cuba P 2 procedente de la percolación anterior, a través del conducto 31 mediante la bomba 35, así como a través del conducto 39 y de la válvula 13. La temperatura en el percolador disminuye entonces hasta unos 110°C , lo cual tiene por consecuencia otra disminución de la velocidad de la hidrólisis y de la velocidad de descomposición.
- 10.
- 15.

20. En el momento en que la segunda carga ha atravesado el percolador de arriba a abajo, es evacuada por el filtro -- como 2ª porción eliminada de 29 m^3 lo mismo que la 1ª porción eliminada, pero hacia la cuba A 2. La 2ª porción eliminada contiene entonces unas 3,4 t de extracto y es separada con la primera porción eliminada a través del conducto 44 para la producción final y la transformación, por lo cual resultan en total 60 m^3 con 7,1 t de extracto total, las cuales contienen 6 t de xilosa en solución al 10 %.
- 25.

30. A continuación se lava todavía con otras tres cargas de 18 m^3 cada una, de las cuales la primera contiene todavía 0,93 t, la segunda 0,78 t y la tercera prácticamente nada de extracto. Estas cargas son conducidas al percolador desde las cubas B 3, B 4 y B 5 a través del conducto 32 mediante la bomba 36 y el conducto 39, produciéndose así otro descenso de -- temperatura.

Las porciones eliminadas resultantes de las tres

314525



cargas mencionadas son almacenadas en las cubas A 3, 4 y 5. Sigue ahora el segundo período de la hidrólisis de la hemice-lulosa.

5. La segunda carga reaccionante comprende 22 m^3 y con- tiene 1,5 % de ácido sulfúrico, a una temperatura de 90 a 100°C . Con ella se hace ahora lo siguiente: a) se la envía al perco- lador 1 desde la cuba 25 a través del conducto 32 mediante la bomba 36 por el conducto 39 con válvula 3. La porción elimi- nada de 22 m^3 que sale del percolador después de atravesar
10. esta carga se conserva análogamente en la cuba 24 para su em- pleo en la siguiente percolación como 1ª carga reaccionante.

b) A continuación, la carga del percolador saturada con la carga reaccionante es calentada con vapor a través de la válvula 8 y por lo menos 9 hasta 140°C , medido en la parte
15. superior del percolador, y conservada a esta temperatura unos 15 minutos. El azúcar formada con arreglo a los puntos a) y - b) es lavada seguidamente con cuatro cargas de lavado. La pri- mera carga, con una temperatura de 90 a 100°C , abarca 22 m^3 - y contiene 1,65 t de extracto, y es enviada al percolador --
20. desde la cuba A 3 y 4 por el conducto 31 mediante la bomba - 35 a través del conducto 39 con válvula 3.

La temperatura en el percolador disminuye entonces hasta unos 120°C y la concentración de ácido vuelve aproxima- damente a promediarse, por lo que la velocidad de hidrólisis
25. y de descomposición disminuye aproximadamente hasta una octa- va parte. La porción eliminada resultante comprende unos 30 m^3 con 2,6 t de extracto y se conserva en la cuba B 1.

La segunda carga de lavado contiene 28 m^3 con 1,5 t de extracto y es enviada de forma análoga al percolador desde
30. la cuba A 4. La temperatura del percolador disminuye así más

314525



todavía.

La porción eliminada obtenida de unos 28 m³ con 2,3 t de extracto se conserva en la cuba B 2.

5. La tercera carga de lavado contiene el resto de la cuba A 5 y con agua caliente a 90 - 100° se la completa hasta 18 m³ con un total de 0,35 t de extracto. La tercera porción eliminada comprende entonces unos 19 m³ con 1 t de extracto y es conservada en la cuba B 3.

10. La cuarta carga de lavado consiste en 18 m³ de agua a 90 a 100°C procedente del depósito de agua B 5. La cuarta porción de lavado eliminada de 18 m³ y 0,8 t de extracto es conservada en la cuba B 4.

15. Con esto termina la fase de la hidrólisis de hemice-lulosa. Sigue ahora la fase de la hidrólisis de celulosa en dos períodos.

El primer período comprende

20. a).- Una carga reaccionante procedente de la cuba 26 de 22 m³ y 90 a 100°C con una concentración de ácido sulfúrico del 4%. La porción eliminada de unos 22 m³ es conservada en la cuba 25.
- b).- La carga del percolador es calentada hasta 165 - 170°C y mantenida a esta temperatura durante unos 30 minutos.
- c).- El azúcar formada según los puntos a) y b) (dextrosa) es lavada con cuatro cargas de lavado.

25. La primera carga de lavado de 35 m³ y 2,3 t de azú-car red. es enviada al percolador desde la cuba D 1 y D 2. La temperatura en el percolador desciende así hasta unos 135°C, por lo que la velocidad de hidrólisis y de descomposición, to-mando en consideración la dilución de ácido, es reducida apro-ximadamente hasta una dieciseis_ava parte. La porción elimina-da inferior de unos 47 m³ y 3,9 t de azúcar red. es conservada

30.

314525



2

5. en la cuba C 1. La segunda carga de lavado de 30 m³ y 1,45 t de azúcar red. es bombeada al percolador desde la cuba D 2 y D 3. La segunda porción eliminada de 33 m³ y 2,6 t de azúcar red. es conservada en la cuba C 2. La 3^a y 4^a carga de lavado se compone de agua de la cuba C 5 y D 5. La 3^a porción eliminada de unos 18,5 m³ y 0,96 t de azúcar red. es conservada en la cuba C 3 y, la 4^a porción eliminada de unos 19 m³ y 0,7 t azúcar red., en la cuba C 4, para la siguiente percolación.
10. El contenido de la cuba G 1, así como 18 m³ de la cuba C 2 y 25 m³ de la cuba D 1, en total 90 m³ de solución con 7,2 t de azúcar red. (dextrosa) equivalente a una concentración del 8 % de dextrosa, es separado por el conducto 45 para la transformación al estado de producto final.
15. A continuación sigue el segundo período, que consiste análogamente en los puntos siguientes:
20. a).- Adición de una carga reaccionante de 22 m³ y -- 4 % contenido de ácido sulfúrico a una temperatura de 90 a 100°C desde la cuba 26. La porción eliminada resultante con escaso -- contenido de ácido asimismo de unos 22 m³ es conservada asimismo en la cuba 26.
- b).- Calentamiento de la carga saturada según el punto a) con la carga reaccionante, hasta 175 a 180°C y manteniendo a esta temperatura durante unos 30 minutos.
25. c).- Lavado del azúcar formada según a) y b) mediante tres cargas de lavado. La primera de estas cargas de 30 m³ y 1,98 t de azúcar red. es enviada al percolador desde la cuba -- C 2 y C 3 a una temperatura de 90 - 100°C. La temperatura en el percolador baja así hasta unos 140°C, por lo que la velocidad de hidrólisis y de descomposición, tomando en consideración la dilución de ácido, es reducida espontáneamente hasta una treint-
- 30.

314525



ta ava parte aproximadamente. La primera porción eliminada de unos 41 m³ y 3,15 t de contenido de azúcar red. es conservada en la cuba D 1.

5. La segunda carga de lavado de 27 m³ y 0,88 t de contenido de azúcar red. es enviada asimismo con 90 - 100°C desde la cuba C 3 y C 4 al percolador, en cuyo caso desciende la temperatura hasta unos 120°C y es reducida más todavía la velocidad de hidrólisis y de descomposición aproximadamente hasta una quinta parte. La segunda porción eliminada de unos 30 m³ y 1,7 t de contenido en azúcar red. es conservada en la cuba D 2. La
10. tercera carga de lavado se compone de 18 m³ de agua a 90 - 100°C y es enviada al percolador desde la cuba C 5 ó D 4. La tercera porción eliminada de unos 18 m³ y un contenido en azúcar red. de unas 0,8 t es conservada en la cuba D 3.

15. El rendimiento obtenido a partir de 30 t de sustancia seca de madera de haya asciende por consiguiente a: 60 m³ de solución con 6 t equivalente al 10 % de contenido de xilosa a partir de hemicelulosa de madera de haya y 90 m³ de solución con 7,2 t equivalente al 8 % de contenido de dextrosa a partir
20. de la celulosa de madera de haya, así como unas 10,5 t de residuo de lignina, que contiene todavía unas 4 t de celulosa.

25. Según sean las condiciones locales puede interesar descomponer más todavía la celulosa - en caso dado en un tercer período. Pero de todos modos no debe llegarse ahí hasta el punto de que la estroma de la madera de haya se desmorone en una sustancia amorfa, ya que en este estado no sería posible hacer una "percolación", es decir, la torta de relleno se volvería casi o completamente impermeable a los líquidos.

30. En la percolación de virutas de madera de pino con unas 22 t de sustancia seca de madera en el mismo percolador resulta, de modo análogo, el siguiente rendimiento:

314525



26

5. De la hemicelulosa de madera de pino unos 50 m³ de solución con 5 t equivalente al 10 % de contenido de azúcar mixta - ésta se compone aquí de preferencia de manosa y de paso contiene pequeñas cantidades de xilosa, galactosa y glucosa -, luego de unos 80 m³ de solución con 6,4 t equivalente al 8 % de contenido de dextrosa, y por último de unas 8 t de residuo de lignina que contiene todavía aproximadamente 1,5 t de celulosa.

10. El grado de disgregación final viene dado asimismo por las condiciones económicas diferentes en cada lugar. Sin embargo, en madera de pino, debido a su mayor contenido en -- lignina, apenas es de temer un desmoronamiento de la estroma de la madera por una descomposición excesiva de celulosa.

15. Así pues, por el nuevo procedimiento es factible conseguir más o menos los mismos rendimientos que por el procedimiento conocido según Scholler, aunque con un gasto aproximadamente igual de vapor y aproximadamente la mitad de consumo de ácido, las soluciones obtenidas tienen el doble de concentración de azúcar. Esta ventaja es de decisiva importancia económica para la transformación ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas.

20. Aparte de lo expuesto, al finalizar el proceso, el residuo de lignina sale en una forma mucho más pura, es decir, con incrustación de muchos menos productos de descomposición de azúcar de lo que era posible hasta ahora.

25. Al final del proceso de percolación después de haber tenido lugar la última eliminación, la carga del percolador se vuelve a calentar como de costumbre desde abajo, principalmente también mediante la válvula abierta 15, hasta alcanzar la temperatura suficiente para el siguiente proceso de vaciado. La -

30.

314525



22

cámara de vapor acumulada en el percolador hasta más allá de la tensión del vapor de la torta de relleno saturada con agua, se evacúa a través de la válvula superior de vapor de escape, y el registro de vaciado 13 es abierto desde el puesto de mando.

5.

El residuo de lignina es desgarrado entonces por la súbita expansión que se produce en el extremo inferior y el consiguiente desprendimiento de vapor en forma de explosión, empezando por abajo, y es expulsado afuera con el vapor en menos de 1 minuto. En el ciclón 18 comunicado por intermedio del co-
do 17, el residuo de lignina es separado por el vapor que se desprende hacia arriba, y cae en el vehículo de transporte situado debajo del ciclón.

10.

Con ayuda de este vehículo, por ejemplo un remolque basculante, el material es conducido a una instalación de acondicionamiento, en donde o también todavía en el percolador - antes del vaciado, es lavado otra vez con agua. Para eliminar los productos de descomposición de azúcar que puedan quedar -
todavía adheridos a la lignina se puede volver a lavar con una lejía de sosa de baja concentración, y efectuar una vez más otro lavado con ácido débil y agua. El residuo de lignina es secado luego hasta que contenga como un 20 % de agua, y molido finalmente. En esta forma, el residuo de lignina sirven entonces de constituyente de forraje. A éste se le puede agragar de paso hasta un 5 % de residuo de lignina molido, de preferencia 2
a 3 %. La lignina tiene ahí un efecto esterilizador y evita la diarrea de los animales alimentados con ella por adsorción de bacterias nocivas. La solución de xilosa al 10 % obtenida en la transformación de madera de haya a partir de hemicelulosa es graduada, después de la separación de la percolación, como

15.

20.

25.

30.

314525



22 JUN

- se ha señalado más arriba, en un valor pH como de 4 a 5, con carbonato de calcio, eventualmente agragando de paso hidróxido de calcio, y concentrada por evaporación hasta un 20 a 30 % aproximadamente. A continuación se separa el yeso suspendido - es conveniente hacerlo por filtraje - y la solución es liberada mediante cambiadores de iones, de los iones Ca y SO_4 así como de Cu y otros iones de metal que puedan existir. Luego se lleva a cabo de diversas maneras una amplia purificación de la solución de xilosa, según sea el fin a que está destinada la solución purificada.
- 5.
- 10.
- Antes de una transformación ulterior de la solución de xilosa al estado de xilita es conveniente hacer todavía por hidrógenación otra purificación mediante resinas decolorantes conocidas, las cuales pueden regenerarse con lejía de sosa. Con el fin de reducir el consumo de las costosas resinas decolorantes, puede hacerse con ventaja previamente un tratamiento relativamente barato con bentonita y/o lignina. Antes de la hidrógenación, el jarabe se concentra convenientemente hasta una concentración de un 50 % por lo menos de xilosa.
- 15.
- 20.
- Este jarabe puede cristalizar fácilmente. La xilosa - cristalizada puede obtenerse como producto en una forma pura cualquiera, eventualmente por recristalización. El agua madre que queda después de la separación de los cristales puede ventajosamente ser transformada en furfurool, mientras que el cristalizado en bruto o también, si fuese preciso, el producto recristalizado, puede hidrogenarse al estado de xilita. La xilita cristalizada se lleva entonces al mercado como azúcar para diabéticos, en tanto que el resto del agua madre de xilita puede servir para la fabricación de mermeladas para diabéticos.
- 25.
- 30.
- La solución de azúcar mixta al 10 % obtenida en la ela-

314525



- boración de madera de pino a partir de hemicelulosa es sometida en forma apropiada a una neutralización, una concentración previa por evaporación, luego es liberada del yeso, si es preciso se la trata con cambiadores de iones o resinas decolorantes, -
5. después se la vuelve a concentrar por evaporación y convenientemente como jarabe se la traspara al estado de grano para la alimentación mezclada con otros productos de forraje. Se ha previsto aquí una adición como del 10 % de azúcar mixta al forraje total. El residuo de lignina molido puede impregnarse muy ventajosamente con jarabe de azúcar mixta y ser elaborado en forma
10. de comprimidos, los cuales se mezclan entonces con el forraje básico - en caso dado agragando al mismo tiempo más cantidades de jarabe de azúcar mixta.

- La solución de dextrosa obtenida en la hidrólisis de
15. celulosa de madera de fronda o de pino es, de forma analoga, neutralizada, concentrada previamente por evaporación, liberada del yeso, si es preciso tratada con cambiadores de iones y terminada de concentrar por lo menos hasta un 50 % de contenido de dextrosa. Si fuese necesario, antes y/o después de la concentración
20. final, puede intercalarse todavía un tratamiento con bentonita - y/o lignina así como con resina decolorante.

- El jarabe concentrado por evaporación puede cristalizar con relativa facilidad, con un buen rendimiento de aproximadamente el 70 %. El producto cristalizado tiene ahí una pureza como
25. del 98 %. Por recristalización puede obtenerse un producto de cualquier pureza deseada.

El cristalizado es hidrógenado entonces ventajosamente al estado de sorbita, y llevado en esta forma al mercado.

- Sin embargo el primer cristalizado puede servir también
30. por ejemplo de azúcar puerperal, combinado con leche desnatada.

314525



22

5. El agua madre resultante es transformada convenientemente, bien por via biológica en ácidos orgánicos, tales como ácido cítrico o itacónico, o bien es transformada - mezclada con residuo de lignina - en comprimidos que, mezclados con el forraje básico agregando de paso eventualmente más cantidades de jarabe de azúcar de madera, sirven de forraje para ganado.

10. Para conseguir efectos fisiológicos especiales existe también la posibilidad de transformar xilita o sorbita, convenientemente bajo forma de jarabe con lignina, en comprimidos y éstos - en caso dado agregando más cantidades de jarabe de - azúcar de madera o sus derivados - mezclados con el forraje -- básico, ser traspasados a la forma de grano.

También aquí puede interesar una mezcla de hasta el 10 % de productos de azúcar de madera con el forraje total.

15. Muchas veces es particularmente ventajoso agregar a la lignina acondicionada, antes de su empleo como constituyente de forraje, sustancias activas, tales como vitaminas, trazas, encimas y/o antibióticos. Estas sustancias que se agregan en - pequeñas cantidades al forraje son administradas al animal, con lignina como sustancia portadora, en una forma particularmente activa.

20. La mezcla de lignina - en caso dado comprimidos de lignina con jarabe de azúcar de madera - puede entonces mezclarse con el resto de forraje con mayor uniformidad que las mencionadas sustancias activas solas.

25.

N O T A

30. La Patente de Invención que se solicita para España, por veinte años, de acuerdo con la vigente Legislación deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE SACARIFICACION DE LA HEMICELULO+ SA DE MADERA U OTROS MATERIALES DE PARTIDA POR PERCOLACION A PRE- SION CON ACIDOS DILUIDOS, ASI COMO PARA EL TRATAMIENTO ULTERIOR

314525



223

DE LAS SOLUCIONES SACARICAS OBTENIDAS Y DEL RESIDUO COMPUESTO EN ESENCIA DE CELULOSA Y LIGNINA", con prioridad de la Demanda de Patente en Alemania nº Sch 35.360 IVa/89i, de fecha 22 de Junio de 1.964, según las características esenciales de las - siguientes:

5.

R E I V I N D I C A C I O N E S

10. 1ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento -- ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, caracterizado porque la hidrólisis de la hemicelulosa se realiza por lo menos en dos períodos consecutivos, consistente cada uno en las siguientes medidas:
15. a).- Adición de una denominada carga reaccionante de ácido diluïdo con una concentración de iones -- hidrógeno correspondiente a 1 - 1,5 % H_2SO_4 y con una temperatura de unos 90 a 100°C, al material de partida precalentado por lo menos hasta
20. unos 100°C, hasta su saturación con líquido adherente.
25. b).- Calentamiento de la carga de material saturada de líquido ácido según el punto a) hasta la deseada temperatura de reacción de 120 a 145°C, - de preferencia 135 a 140°C, medida en la parte superior del percolador, mantenimiento a esta temperatura durante 15 a 60 minutos.
30. c).- Lavado del azúcar formada según el punto b) con una serie de cargas de lavado de unos 90 a 100°C, consistentes parcialmente en porciones eliminadas

314525



22

5. de lavado de una percolación anterior con concentración de azúcar decreciente por orden, y finalmente en agua, a temperaturas reducidas o decrecientes, en cuyo caso la o las porciones eliminadas de la o las primeras cargas de lavado del primer período con la mayor concentración de azúcar son acabadas de transformar en productos finales, y las restantes porciones eliminadas son almacenadas para volverlas a emplear como cargas de lavado en otro período de la siguiente percolación, y porque el residuo de estos períodos --
10. que en esencia contiene celulosa y lignina es tratado.
- d).- Bajo hidrólisis de la cantidad principal de la celulosa en varios períodos más análogamente a las condiciones a) hasta c), pero por mayor concentración de ácido y/o mayores temperaturas de calentamiento y/o
15. tiempos de reacción de las cargas reaccionantes bajo condiciones de reacción mucho más afinadas, en donde las primeras porciones eliminadas de dextrosa relativamente concentradas obtenidas según el punto c) son análogamente acabadas de transformar en productos finales, y las restantes porciones eliminadas obtenidas en c) son conservadas para volverlas a emplear como
20. cargas de lavado en otro período o en la siguiente percolación y se obtiene un residuo compuesto esencialmente de lignina, o bien
25. e).- para la obtención de celulosa alfa es sometido a un lavado alcalino de lignina ya conocido.
- 2ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de
- madera u otros materiales de partida por percolación a presión con
30. ácidos diluidos, así como para el tratamiento ulterior de las solu-

314525



5. ciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según la reivindicación 1, caracterizado porque antes de la adición de la carga reaccionante del primer período en el percolador que contiene el material de partida, es evacuado el aire existente en el percolador y el material es calentado por aportación directa de vapor, de preferencia por abajo, por lo menos hasta 100°C hasta 130°C.
10. 3ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en el calentamiento de la carga del percolador, entre la boca de admisión de vapor en el cono filtrante y la parte superior del percolador se gradúa una
15. diferencia de presión de por lo menos 0,5 at y como máximo 3 at.
20. 4ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las porciones eliminadas de líquido, que hay que evacuar a presión por el cono filtrante, son descargadas de forma regulada a una diferencia de presión
25. entre la parte superior del percolador y el conducto de empalme de 0 a 0,5 at subiendo paulatinamente en el curso de unos 15 minutos.
30. 5ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según la reivindi-

314525



223

5. cación 4, caracterizado porque la presión en el conducto de empalme existente en el cono filtrante es mantenida, al menos en correspondencia con la presión de vapor saturado que corresponde a la temperatura ahí existente, de preferencia unas décimas de atmósfera más alta regulando debidamente la aportación de vapor en la parte superior del percolador.

10. 6ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la temperatura de las cargas que entran en el percolador es en cada caso por lo menos 10°C, de preferencia 20 a 40°C y más, inferior que la temperatura en 15. la parte superior del percolador o de la carga que se encuentra en este último.

20. 7ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la fracción eliminada del percolador después de la adición de la carga reaccionante en el curso de un período de la hidrólisis de la hemicelulosa es conservada y, después de ajustar la deseada concentración 25. de ácido, es empleada como carga reaccionante para otros períodos.

30. 8ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según la reivin-

314525



5. dicación 7, caracterizado porque la porción eliminada del percolador después de la adición de la carga reaccionante en el curso de un período de la hidrólisis de la celulosa es conservada, y después de ajustar la deseada concentración de ácido es empleada como carga de reacción para otro período, en donde la primera carga reaccionante de la hidrólisis de la hemicelulosa se compone de dos porciones eliminadas por lo menos de una carga reaccionante y, en caso dado de una -- carga de lavado.
10. 9^a.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque en cada período de la hidrólisis de celulosa se emplea una concentración de iones hidrógeno de la carga reaccionante equivalente al 2 a 5 % H_2SO_4 , y un tiempo de reacción de 30 a 90 minutos, en donde el primer período se ajusta una temperatura de calentamiento de 130 a 160° y, en los períodos siguientes, una de 195 a 165°.
15. 10^a.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el lavado alcalino de la lignina para la obtención de celulosa alfa se realiza por lo menos en un período análogo a la hidrólisis de la hemicelulosa, el cual consiste en
20. 25. 30. a).- adición de una carga reaccionante con la cantidad

314525



- principal del álcali de composición conocida, necesario para la disgregación, a una temperatura de unos 90 a 100°C, al residuo que queda después de la hidrólisis de la hemicelulosa con el fin de que tenga lugar su saturación con solución alcalina de ataque.
5. b).- Calentamiento de la carga saturada de solución de ataque según el punto a) hasta la deseada temperatura de reacción - de 120 a 145°C, medida en la parte superior del percolador, y mantenimiento a este temperatura durante 30 a 90 minutos.
10. c).- Lavado de la lignina alcalina formada según el punto b) por una serie de cargas de lavado de unos 90 a 100°C, las cuales se componen parcialmente de porciones eliminadas del lavado de una percolación precedente, con concentración de lignina alcalina decreciente por orden, y por último de agua,
15. donde la o las primeras cargas de lavado se obtienen en forma de solución de lignina alcalina relativamente concentrada para su transformación ulterior.
20. 11ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según la reivindicación 10, caracterizado porque a la o las cargas de lavado según el punto c) se agrega todavía una parte de las cantidades de álcali libre necesarias para la disgregación.
25. 12ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según cualquiera
30. de las reivindicaciones, caracterizado porque las fracciones

314525



5. de solución de azúcar de madera débilmente ácidas a transformar ulteriormente en producto final se neutralizan con carbonato cálcico, en caso dado bajo adición simultánea de hidróxido cálcico, se concentran por evaporación con el yeso formado hasta el 20 al 30 % se liberan del yeso y se vuelven a concentrar hasta quedar reducidas por lo menos a un 50 % de contenido de azúcar.
10. 13ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindicación 12, caracterizado porque después de la concentración previa y de la separación del yeso se lleva a cabo un tratamiento con cambiadores de iones.
15. 14ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivindicaciones 12 ó 13, caracterizado porque después de la concentración previa y de la separación de yeso, así como de un eventual tratamiento con cambiadores de iones, se efectúa un tratamiento con resinas decolorantes.
25. 15ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las
30. reivindicaciones 13 ó 14, caracterizado porque se efectúa -

314525



2

previamente un tratamiento con bentonita o alúmina con el fin de eliminar de antemano la cantidad principal de impurezas con el fin de proteger los cambiadores de iones y/o las resinas -- decolorantes.

5. 16ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemice-lulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivin-dicaciones 13 ó 14, caracterizado porque previamente se intercala un tratamiento con residuo de lignina, en caso dado des-pués de su acondicionamiento, al objeto de eliminar de antema-no la cantidad principal de impurezas y proteger así el cambia-dor de iones y/o las resinas decolorantes.
10. 17ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemice-lulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento -- ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo - compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivin-dicaciones 1 a 9, caracterizado porque el residuo de lignina - obtenido después de la hidrólisis de la cantidad principal de celulosa es lavado, secado en gran parte después de la expulsión fuera del percolador, molido y utilizado luego como constitu-yente de forraje para ganado.
15. 20. 18ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelu-losa de madera u otros materiales de partida por percolación -- a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento ul-terior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo com-puesto en esencia de celulosa y lignina, según la reivindicación 17, caracterizado porque a la lignina acondicionada se le añade,
25. 30.

314525



5. antes de su empleo como constituyente de forraje, azúcar mixta procedente de la hidrólisis de hemicelulosa de madera de pino después de la correspondiente concentración por evaporación y/o agua madre de la cristalización de la solución de dextrosa resultante de la hidrólisis de la celulosa de madera de pino y/o de fronda.

10. 19ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluidos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindicación 17, caracterizado porque a la lignina, antes de emplearla como constituyente de forraje, se le añade un alcohol de azúcar, en particular xilita, obteniendo por hidrogenación del hidrolizado de hemicelulosa de madera de fronda, principalmente de madera de haya, y/o un alcohol de azúcar, principalmente sorbita, obtenido por hidrogenación a partir del hidrogenado de la celulosa de madera de pino o de fronda.

20. 20ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluidos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindicación 17, caracterizado porque a la lignina preparada se le añade, antes de su empleo como constituyente de forraje, un alcohol de azúcar mixta obtenido por hidrogenación a partir del hidrolizado de hemicelulosa de madera de pino, compuesto principalmente de manita.

30. 21ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluidos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según las reivin-

314525



dicaciones 17 a 20, caracterizado porque a la lignina preparada se le agregan, antes de su empleo como constituyente de forraje, sustancias activas tales como vitaminas, trazas, enzimas y/o antibioticos.

5. 22^a.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindicaciones 1 a 11 caracterizado por emplearse un dispositivo en el que para uno o varios percoladores con cono filtrante inferior se ha previsto un número de cubas acumuladoras con agitador mecánico correspondiente a la cantidad de cargas reaccionantes de diferente concentración de ácidos y/o de álcalis, y para cada período de la hidrólisis de la hemicelulosa y de la hidrólisis o de la disgregación de la celulosa, -
10. una batería de cubas acumuladoras correspondiente a la cantidad de las cargas de lavado necesarias con conductos de empalme superiores dotados de cierre en cada colador a través de un recipiente de expansión, y conductos de salida inferiores dotados de cierre a través de una motobomba hacia cada percolador.

15. 23^a.- Procedimiento de sacarificación de la hemicelulosa de madera u otros materiales de partida por percolación a presión con ácidos diluïdos, así como para el tratamiento ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindicación 22, caracterizado por emplearse un dispositivo en el que el conducto de vapor de escape está tendido desde los recipientes de expansión en el o los acumuladores de agua de la-
20. 25. 30.

314525



vado hasta el precalentamiento directo de agua de lavado.

5. 24ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemice-
lulosa de madera u otros materiales de partida por percolación
a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento
ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo
compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindica-
ciones 22 ó 23, caracterizado por emplearse un dispositivo en
el que para la graduación de la concentración de ácido o ál-
cali en las cubas acumuladoras de las cargas reaccionantes se
10. ha previsto por lo menos un depósito para ácido concentrado
o solución alcalina con dispositivo dosificador hacia cada una
de las cubas acumuladoras.

15. 25ª.- Procedimiento de sacarificación de la hemice-
lulosa de madera u otros materiales de partida por percolación
a presión con ácidos diluídos, así como para el tratamiento
ulterior de las soluciones sacáricas obtenidas y del residuo
compuesto en esencia de celulosa y lignina, según reivindica-
ciones 22 a 24, caracterizado por emplearse un dispositivo en
el que se ha previsto una bomba de presión de caudal regulable
20. para la solución concentrada de ácido o álcali que, desde un
depósito, suministra los productos químicos nuevos necesarios
directamente al conducto de presión de bombas hidráulicas per-
coladoras del caudal regulable, delante del percolador, dosifi-
cados con arreglo a la concentración medida en la respectiva
25. cuba acumuladora.

30. 26ª.- "PROCEDIMIENTO DE SACARIFICACION DE LA HEMICE-
LULOSA DE MADERA U OTROS MATERIALES DE PARTIDA POR PERCOLACION
A PRESION CON ACIDOS DILUIDOS, ASI COMO PARA EL TRATAMIENTO -
ULTERIOR DE LAS SOLUCIONES SACARICAS OBTENIDAS Y DEL RESIDUO
COMPUESTO EN ESENCIA DE CELULOSA Y LIGNINA".

314525



Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria descriptiva que consta de treinta y siete -
hojas escritas a máquina por una sola cara acompañada de
sus correspondientes dibujos.

Madrid, 22 de Junio de 1.965

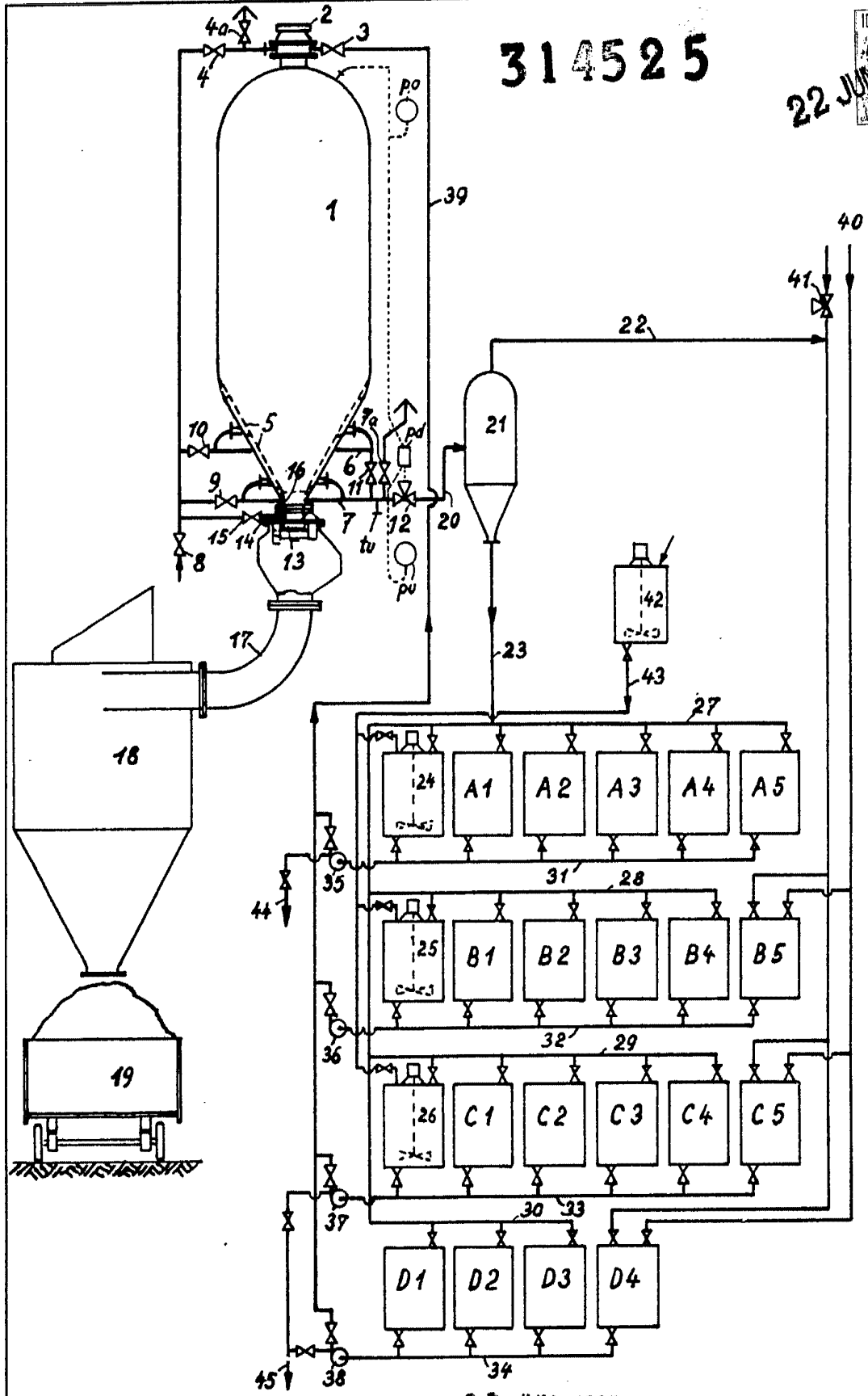
Dr. HANS STOHR, como Apoderado Testamentario
de la Herencia Yacente del Dr. Ing. HEINRICH
SCHOLLER ERBEN (fallecido).

P.P.

FRANCISCO GARCÍA CABRERIZO
P. P.

314525

22 JUN 1965
10 CTS
ESTAMPADO
DISEÑO



Escala variable

Madrid, 22 JUN. 1965

Dr. D. HANS STÖHR, como Apoderado Testamentario de la herencia.
yacente de D. HEINRICH SCHOLLER ERBEN
P. P. FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P. P.