

S/Ref.: 1.130
N/Ref.: O.G.17.103/MS

300075



PATENTE DE INVENCION

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

S o b r e :

"PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA LA PREPARACION QUIMI-
CA DE MATERIAL CELULOSICO".

- - - -

Solicitante: D. RUDOLF EICKEMEYER, de nacionalidad
alemana, con domicilio en C/ Törwanger
Strasse, 10. MÜNCHEN (Alemania).

- - - -

Inventor: El solicitante.

- - - -



El invento se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para la preparación química de material celulósico en un percolador, compuesto de una parte cilíndrica, de una campana superior con armaduras de entrada y de escape de vapor y de un cono inferior en el que se aloja un filtro subdividido en altura.

En los procedimientos conocidos para la preparación química de material celulósico en percoladores se calienta con vapor al mismo tiempo que se intenta desplazar el aire contenido en el percolador. También se procedió ya a una evacuación precedente al calentamiento con el fin de expulsar la mayor cantidad de aire posible. Después del calentamiento se agrega líquido de reacción, que generalmente ya se precalienta hasta temperaturas superiores a 100°C. y que posee una presión de vapor correspondiente. Teniendo en cuenta la capacidad de absorción del material celulósico se necesitan, ya sólo para el humedecimiento del material hasta su saturación con el líquido, cantidades de líquido muy considerables.

En los procedimientos empleados hasta ahora resultaba difícil humedecer el material celulósico uniformemente sin que en los diferentes puntos se formaran zonas de material no totalmente humedecidas con el líquido. En el conocido procedimiento de percolación de Scholler, según la patente alemana 640.775, se recurría a una gran cantidad de cargas líquidas de igual concentración ácida, de manera que la probabilidad de una preparación suficientemente uniforme ya se producía después de algunas cargas.

En el nuevo procedimiento Scholler (según la solicitud de patente Sch 35 360 IVa/89i) se utiliza, por el



5. contrario, una única carga de reacción que tiene que dar lugar a una penetración uniforme del material, ya que el tiempo de reacción que sigue es relativamente corto y ya que el azúcar formado se extrae inmediatamente después - con una temperatura y concentración ácida reducidas.

10. El inventor se planteó el problema de desarrollar un procedimiento capaz de garantizar un impregnado uniforme de la totalidad de la carga contenida en el percolador y que con un consumo de vapor lo más pequeño posible para el calentamiento de la torta impregnada y para la totalidad de la percolación dé lugar a una concentración lo más alta posible de la concentración de azúcar obtenida.

15. La solución de este problema se obtiene, según el invento, por el hecho de que la cantidad de líquido de reacción necesaria para cubrir el material celulósico en el percolador se introduce, con la concentración química deseada y con una temperatura inferior a la de su punto - de ebullición, por la parte superior del filtro dispuesto en el cono en el percolador que se halla a presión atmosférica o con una presión ligeramente superior, mientras que a través de la parte inferior del filtro subdividido se introduce una cantidad de vapor a presión tal que en el extremo superior a la zona del percolador lleno de líquido se obtiene una temperatura de mezcla de al menos 100°C, al mismo tiempo que el aire o los gases no condensables contenidos en el percolador escapan por la armadura situada en la parte superior, después de lo cual se extrae, por medio de una inyección de vapor con una presión de aproximadamente 1 atmósfera en la parte superior del percolador, a través del filtro dispuesto en el cono inferior la cantidad

20.

25.

30.



de líquido que sobrepasa la capacidad de absorción de la carga, procediéndose a continuación al calentamiento con vapor, a través del filtro y con la armadura de salida de vapor superior cerrada, hasta la temperatura de reacción deseada, que se mantiene durante el tiempo de reacción necesario por una inyección de vapor regulada desde abajo.

5.

La mezcla de vapor y líquido, con una temperatura de al menos 100°C, que atraviesa el percolador en sentido ascendente ocupa con seguridad la totalidad del espacio libre que queda entre las partículas de material celulósico y penetra además en las diferentes partículas de material, de las que se expulsa el aire en sentido ascendente. Después de un cubrimiento total de la carga con el líquido se vuelve a extraer - eventualmente después de

10.

un tiempo de permanencia de saturación corto de pocos minutos de duración - la cantidad de líquido sobrante de la saturación del material celulósico y que se halla en los intersticios de las partículas de material celulósico a través del filtro inferior, calentando después uniformemente hasta la temperatura de reacción la carga saturada de líquido por medio de vapor que penetra por el filtro.

15.

20.

Esto produce, por un lado, un considerable ahorro de vapor y, por otro, conduce, a consecuencia de la presencia de cantidades de líquido pequeñas, a una mayor concentración del azúcar que se forma en el tiempo de reacción siguiente.

25.

Además, el vapor ascendente encuentra una resistencia considerablemente menor, de manera que el gradiente de presión y de temperatura es también menor en el sentido ascendente. Si la preparación del material -

30.



- celulósico se utiliza para la transformación de la celulosa en azúcar, se utiliza como líquido de reacción una solución de ácido mineral correspondiente, al mismo tiempo que la concentración de iones hidrógeno equivale, para la transformación en azúcar de la semicelulosa, a la de ácido sulfúrico al 1% y para la transformación de la celulosa, después del lavado de las clases de azúcares obtenidas a partir de la semicelulosa, con temperatura y concentración de ácido reducidas, a la de ácido sulfúrico del 3-5%.
- 5.
10. Eventualmente es especialmente interesante una hidrólisis previa de la semicelulosa de los materiales de partida que contienen pentosan, a la que sigue después una preparación alcalina de la celulosa. Según el invento se procede en este caso de tal forma de que en primer lugar y para la degradación al menos parcial de la semicelulosa se utiliza como líquido de reacción una solución de ácido mineral diluida con una concentración de iones hidrógeno equivalente aproximadamente a la de ácido sulfúrico al 1% y una temperatura de reacción inferior a 140°C, después de lo cual - una vez lavados con temperatura y concentración de ácido reducidas por medio de una gran cantidad de cuantos líquidos con concentración de azúcar decreciente, procedentes de percolaciones anteriores y finalmente con agua, las clases de azúcar formadas a partir de la semicelulosa - se agrega en forma análoga un nuevo líquido de reacción que contiene productos químicos, tales como hidróxido sódico, sulfuro sódico y carbonato sódico, adecuados para disolver la lignina, en una concentración tal que el líquido absorbido por el material celulósico contiene, después de la eliminación del exceso de líquido, la cantidad de productos -
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

11 OCT. 1941

- químicos necesaria para la reacción deseada, al mismo tiempo que se utiliza una temperatura de reacción de al menos 140°C. A continuación se realiza el lavado de la lignina alcalina, que se halla en estado soluble, por medio de una gran cantidad de cuantos líquidos con una temperatura relativamente baja y con una concentración decreciente de la lignina alcalina y de los productos químicos no consumidos, procedentes de percolaciones anteriores y, finalmente, por medio de agua. Entre cada dos cargas se calienta el material contenido en el percolador con vapor procedentes de abajo, de manera que en él percolador casi sólo queda celulosa pura.

- Al menos en la transformación en azúcar de la semicelulosa, es decir en la hidrólisis previa, pero también en la hidrólisis de la celulosa, se emplea con especial ventaja ácido nítrico con una concentración de iones hidrógeno correspondiente.

- El nuevo líquido de reacción empleado después para la preparación de la celulosa puede contener entonces, junto a los productos químicos apropiados para la solución de la lignina, lignina alcalina ya disuelta, procedentes de una percolación anterior.

- Para ello se procede ventajosamente de tal forma que el nuevo líquido de reacción se compone al menos parcialmente de una o varias extracciones de una percolación de solución de lignina precedente en la que se disolvió la cantidad de productos químicos nuevos necesaria. Durante el tiempo de reacción previsto para la transformación en azúcar de la semicelulosa o de la celulosa, que sigue a la iniciación de un proceso de reacción en el material celuló

11 OCT.



sico saturado con una solución ácida, también se produce una descomposición del azúcar formado en las condiciones de reacción reinantes. Después de un determinado tiempo de reacción se produce por lo tanto un máximo relativamente plano de la concentración de azúcar obtenible, que volvería a descender si se prolonga la reacción.

- 5.
- Según otra característica del invento, el tiempo de reacción se prolonga hasta que el azúcar formado alcanza al menos el 70% y como máximo el 90% de su concentración máxima posible, después de lo cual se lava el azúcar formado con temperatura y concentración de ácido reducidas,
- 10.
- al mismo tiempo que - en especial en la transformación en azúcar de celulosa - se agrega a continuación líquido de reacción nuevo y se inicia un nuevo periodo de reacción - análogo, al que nuevamente sigue un lavado con temperatura y concentración de ácido reducidas.
- 15.

- El lavado del azúcar formado durante uno de los periodos de reacción se realiza con una gran cantidad de cuantos líquidos con una concentración de azúcar decreciente, procedentes de una percolación anterior, y finalmente con agua.
- 20.

- Ventajosamente, la temperatura durante el tiempo de reacción de unos 40 minutos de duración para la degradación de la semicelulosa es de 130-140°C, durante el primer periodo de reacción de unos 40 minutos de duración para la degradación de la celulosa de 160-170°C y durante el segundo periodo de reacción de unos 30 minutos de duración para la degradación de la celulosa de 170-190°C, preferentemente de 180°C.
- 25.

- Para la realización del procedimiento según el
- 30.



- invento se propone un dispositivo de percolación que se caracteriza por el hecho de que el filtro, subdividido en altura y previsto en el cono del percolador, se compone - de placas, colocadas individualmente sobre travesaños del cono del percolador, provisto de orificios, que se ensanchan de dentro hacia fuera, con un diámetro mínimo de 2-5 mm, preferentemente de 3-4 mm, estando distribuidos los - orificios uniformemente sobre la superficie total del filtro, de tal manera que su sección total - medida en el punto más estrecho de los orificios cónicos equivalga al 0,2-4%, preferentemente al 0,5-1,5 %, de la sección libre del percolador.
- 5.
- 10.

- Los elementos del filtro se hermetizan entre si y poseen varios racores, distribuidos uniformemente sobre la periferia del cono, que se comunican y se equipan con válvulas de cierre comunes. Generalmente se prevé una subdivisión del filtro en dos partes, pero eventualmente también puede entrar en consideración una subdivisión mayor.
- 15.

- Según una segunda característica del invento, la distancia horizontal de los orificios, dispuestos unos debajo de los otros en filas, posee un valor máximo, mientras que la distancia de las filas de taladros superpuestas decrece, partiendo del borde superior del elemento de filtro superior, en sentido descendente de una forma aproximadamente uniforme y a partir de este valor máximo, hasta aproximadamente un valor igual a la mitad o a un tercio de este valor máximo en el borde inferior del elemento de filtro inferior.
- 20.
- 25.

- Los orificios de las filas de orificios superpuestas se disponen ventajosamente desplazados, de manera
- 30.

11 OCT.



que la distancia de los orificios resulte lo más uniforme posible.

Convenientemente, la parte anular superior del filtro cónico se deja sin orificios, para evitar que el vapor y el líquido resbalen por los bordes.

5.

Para la obtención de condiciones de circulación ventajosas se prevé, finalmente, que el elemento de filtro inferior posea aproximadamente un 50-67 % más de orificios que el elemento de filtro superior.

10.

Por medio de un dibujo esquemático se explica - con más detalle el método y el dispositivo según el invento, recurriendo para ello a algunos ejemplos de ejecución.

Ejemplo de ejecución 1ª:

15.

En un percolador de 100m^3 de contenido con un diámetro de 3,2 m en la parte cilíndrica 1, con un cono inferior de 60° y 2,7 m de altura total, así como con una campana esférica superior 3 con un orificio provisto de un cierre rápido 3', con una válvula de entrada de líquido 4 y válvula de entrada de vapor 5, así como con válvula de salida de vapor 6 y distribuidor 4' para líquido y vapor se quieren transformar unas 33 t de viruta de madera de haya, con un contenido en sustancia seca de madera de 26 t, por medio de una hidrólisis previa en xilosa y por medio de una hidrólisis principal en dextrosa y residuo de lignina. El percolador se construyó con chapa de acero forrada de cobre y para una presión de funcionamiento de 13 atmósferas.

20.

25.

En el cono inferior se prevé un filtro, subdividido en altura, compuesto de chapas de cobre 7,7' que se fijan a travesaños 8. El elemento de filtro superior

30.



7 tiene una altura de unos 700 mm., medida en el cono, y se hermetiza con relación al elemento de filtro 7', con una altura de aproximadamente 1400 mm. (medida en el cono) por medio de un anillo 9. El elemento de filtro superior posee taladros cónicos 10, dispuestos en filas horizontales, con un diámetro interior de 3 mm. y un diámetro exterior de 5 mm. y distanciados horizontalmente unos 50 mm. Las filas de orificios tienen en la parte superior una separación de 50 mm. que se reduce gradualmente hasta 40 en el borde inferior del elemento de filtro superior. Los orificios de las diferentes filas están desplazados unos con relación a otros.

El elemento de filtro inferior también posee orificios 10', dispuestos en filas horizontales, del mismo diámetro y con la misma distancia horizontal. La separación de las filas de orificios es de aproximadamente 40 mm. en el borde superior del elemento de filtro inferior y decrece progresivamente hasta 20 mm. en el borde inferior. Los orificios de las diferentes filas también están desplazados unos con relación a otros.

De esta forma se obtienen en el elemento de filtro inferior aproximadamente un 50 % más de orificios que en el elemento de filtro superior.

También es posible utilizar percoladores chapados con V4A, que equivalen entonces a las conocidas calderas para celulosa. El filtro del cono se compone en este caso de chapa de V4A. Este tipo de percolador se presta especialmente para la obtención de celulosa después de una hidrólisis previa.

Para cubrir la viruta de madera de haya se nece-

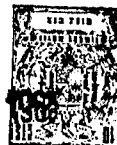
11 OCT.



- sitan aproximadamente 63 m^3 de ácido sulfúrico al 1%. Después de calentar la carga por medio de vapor, que penetra a través de la válvula 11, y de llevar el elemento de filtro inferior 7' hasta unos 100°C , se vaporiza brevemente con la válvula de salida de vapor superior 6 abierta. A continuación se introduce la solución de ácido diluida - con una temperatura de aproximadamente 90° y en un tiempo de unos 12 minutos en el percolador, a través de la parte superior 7 del filtro y estando abierta la válvula 12 y -
5. cerrada la válvula 12'. Al mismo tiempo se agrega a través del elemento de filtro inferior 7' una cantidad de vapor tal que siempre salga una pequeña cantidad de vapor - por la válvula de escape de vapor superior 6. Con ello -
10. se asegura que en el borde superior de la zona de percolador llena de líquido reine una temperatura de mezcla de al menos 100°C .
- 15.

- Después de cubrir la carga con el líquido se cierra la válvula de escape de vapor superior 6 y se inyecta, a través de la válvula de vapor superior 5, vapor en la parte superior del percolador, hasta que se alcanza una presión de aproximadamente 1 atmósfera, que se mantiene después constante por medio de una adicción regulada de vapor. La cantidad de líquido sobrante, unos 25 m^3 , se extrae a continuación a través de los dos elementos de filtro abriendo la válvula 12' y la válvula de regulación de salida 13, al mismo tiempo que la diferencia de presión entre la parte superior del percolador y la cámara situada detrás del filtro (aparato de medida 14) se mantiene en 0 atmósferas, al iniciarse la extracción, y se incrementa lentamente -
20. hasta 0,5 atmósferas al final de la extracción, que dura
- 25.
- 30.

1 OCT. 1968



- aproximadamente 15 minutos. Después de cerrar la válvula de regulación de extracción 13 se abren las válvulas 11 y 15 y, a través de los dos elementos de filtro, se calienta la carga saturada con la solución ácida diluida hasta
5. una temperatura de 135°C, es decir hasta una presión de vapor saturado en la parte superior del percolador equivalente a esta temperatura, al mismo tiempo que la diferencia de presión entre la parte superior y la inferior se mantiene al menos en 0,8 atmósferas (aparato de medida 14).
10. Después de alcanzar esta presión (aproximadamente 15 minutos) es conveniente vaporizar durante algunos momentos y abriendo ligeramente la válvula de escape de vapor superior 6, así como manteniendo esta presión, para garantizar que la carga se calienta uniformemente. A continuación
15. se cierra la válvula de escape de vapor 6 y por medio de una adicción regulada de vapor a través del filtro (válvula 11 y eventualmente 15) se mantiene durante aproximadamente 40 minutos (tiempo de reacción) la presión deseada en la parte superior del percolador. Cuando el mantenimiento de la temperatura de reacción sólo exige una adicción de vapor relativamente pequeña, procedente de la parte inferior, es conveniente que el vapor se inyecte únicamente a través del elemento de filtro inferior (válvula 11). A continuación se introduce en el percolador, a través de la válvula 4 abierta, una carga líquida de unos
20. 32 m³ con una concentración de xilosa del 8% aproximadamente y con una temperatura de unos 90°C. Esto conduce a un fuerte enfriamiento y a un gran desarrollo de vapor en la torta, de donde resulta una temperatura de la mezcla
25. de unos 120°C, equivalente a una presión de 1 atmósfera.
- 30.



A continuación se introduce por arriba vapor y se aumenta la presión de 1 a 2 atmósferas, valor que se mantiene por medio de una adicción regulada de vapor. El líquido penetra en la torta y condensa el vapor caliente que se halla todavía en los poros de material. Con ello se obtiene una extracción reforzada.

5.

El líquido se extrae a continuación, después de abrir la válvula de regulación de extracción 13, ajustando una diferencia de presión entre la parte superior del percolador y la cámara situada detrás de las placas del filtro de 0 atmósferas y que, durante los 15 minutos siguientes, se incrementa lentamente hasta 0,5 atmósferas.

10.

Después se introduce una nueva carga de aproximadamente 32 m³ con una concentración de xilosa del 6% - aproximadamente y una temperatura de unos 90°C. Esta adicción se realiza a través de la válvula superior 4.

15.

Con ello se obtiene una temperatura de la mezcla de unos 110°C. Después de ello se procede de una forma análoga, resultando el siguiente esquema de trabajo.

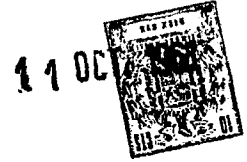
20.

Carga nº	Concentración de xilosa % en peso	Cantidad m ³	Extracción nº	Concentración de xilosa % en peso	Cantidad m ³
1	8	32	1	9,3	33
2	6	32	2	8,5	34
3	4	32	3	6,5	34
4	3	25	4	5	26
5	-	25	5	4	27
6	-	20	6	2,5	21

25.

La primera extracción y parte de la segunda extracción dan lugar a la llamada segregación de 5,9 t de ex

30.



tracto con un contenido en xilosa de 4,7 t en una solución al 9% apróximadamente, lo que quivale a un rendimiento del 18%, referido a la sustancia seca de madera de haya.

Esta segregación se agrega después durante la -
5. preparación ulterior a los productos finales deseados.

Las restantes extracciones sirven para la obten-
ción de las cargas 1-4 para la siguiente percolación, para
lo cual se almacenan convenientemente.

La 5ª y 6ª carga se compone convenientemente de
10. agua desionizada.

Después de finalizar esta hidrólisis previa, al
final de la cual se obtiene una temperatura de la carga li-
geramente superior a 100°C., se introduce por abajo y a -
través del elemento de filtro superior una nueva carga de
15. reacción de apróximadamente 40 m³ y 4% de H₂SO₄, al mismo
tiempo que se inyecta vapor a través del elemento de fil-
tro inferior, de manera que se obtiene una temperatura de
mezcla de al menos 100°C.

Después de algunos minutos de permanencia se in-
20. crementa la presión de vapor en la parte superior del per-
colador por medio de una adicción enérgica de vapor desde
arriba hasta 1 atmósfera, manteniendo esta presión por me-
dio de una adicción regulada de vapor. El líquido sobran-
te se extrae a continuación abriendo la válvula de regula-

25. ción de extracción al mismo tiempo que se ajusta una dife-
rencia de presión de 0 atmósferas al principio de la ex-
tracción, presión que crece lentamente hasta 0,5 atmósfe-
ras, entre la parte superior del percolador y la cámara que
se halla detrás del filtro, al final de la extracción, que

30. dura unos 15 minutos. Por medio de una inyección de vapor
a través de la totalidad de la superficie del filtro con -



una diferencia de presión de al menos 0,8 atmósferas entre la parte inferior y la superior en el percolador, se calienta hasta una temperatura de reacción de aproximadamente 165°C, es decir hasta una presión de vapor saturado correspondiente en la parte superior del percolador.

5.

El tiempo de calentamiento es de aproximadamente 20 minutos. La temperatura de reacción indicada se mantiene durante unos 40 minutos por medio de una adicción regulada de vapor a través del elemento de filtro inferior (tiempo de reacción para la primera fase de formación de azúcar de la hidrólisis principal). A continuación sigue el lavado del azúcar formado con temperatura y concentración de ácido reducidas, que se desarrolla según el esquema que sigue de una forma análoga a la de la hidrólisis previa.

10.

15.

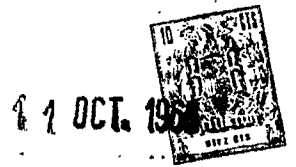
Carga nº	Concentración de dextrosa	Cantidad	Extracción	Concentración de dextrosa	Cantidad
	% en peso	m ³	nº	% en peso	m ³
1	5,8	32	1	7,3	37
2	4,5	32	2	6,1	32
3	3,0	32	3	4,5	32
4	1,6	25	4	3,2	25
5	-	20	5	2,1	20

20.

25.

La primera y una parte de la segunda extracción, en total unas 4,6 t de extracto, de ellas 3,85 t de dextrosa, en aproximadamente 58 t de solución se segregan y se llevan a la ulterior transformación en productos acabados. Las restantes extracciones sirven para la preparación de las cargas 1-4 de la percolación siguiente y se conservan en cubas correspondientes.

30.



Aproximadamente 30 m³ de ácido sulfúrico al 4% aproximadamente se introducen con una temperatura de aproximadamente 90°C y a través del elemento de filtro superior en el percolador al mismo tiempo que a través del elemento inferior del filtro se agrega vapor, como ya se describió en la carga precedente.

5.

Aumentando la presión en la parte superior del percolador hasta aproximadamente 1 atmósfera se extrae el líquido sobrante de forma análoga a la descrita más arriba para la carga de reacción precedente.

10.

A continuación sigue el calentamiento, a través de la totalidad de la superficie del filtro, hasta una temperatura de reacción de unos 180°C, respectivamente hasta una presión de vapor saturado correspondiente en la parte superior del percolador, que se mantiene después durante unos 25 minutos por medio de una adicción regulada de vapor a través del elemento de filtro inferior. (tiempo de reacción)

15.

A ello sigue un nuevo lavado del azúcar formado, que se realiza de forma análoga según el esquema siguiente:

20.

Carga	Concentración de dextrosa	Cantidad	Extracción	Concentración de dextrosa	Cantidad
nº	% en peso	m ³	nº	% en peso	m ³
1	5,4	26	1	6,1	36
2	4,0	25	2	5,3	25
3	3,6	20	3	4,6	20
4	1,65	20	4	3,4	20
5	-	20	5	1,8	20

25.

La primera extracción con 3,2 t de extracto, de ellas 2,4 t de dextrosa, en aproximadamente 38 t de solu-

30.

11 OCT.



ción se segrega y se lleva junto con la segregación de la extracción precedente a la preparación ulterior. En total se obtienen por lo tanto 7,8 t de extracto, de ellas 6,25 t de dextrosa en aproximadamente 96 t de solución, equivalente a una concentración media de aproximadamente 6,5 % en peso de dextrosa y 8,1% de sustancia seca, lo que equivale a una pureza del 80% aproximadamente.

5. Al final de este proceso de extracción queda en el percolador un residuo de lignina de aproximadamente 9 a 10. 9,5 t de sustancia seca, que además contiene unas 18 a 19 t de agua. El vaciado de este residuo se hace de forma en si conocida abriendo una trampilla de vaciado 16 en el extremo inferior del cono del percolador y una vez que la temperatura de la carga del percolador se llevó, por medio de vapor inyectado por abajo (válvulas 17, 11 y 15 abiertas sucesivamente), hasta una temperatura de 150-175°C, equivalente a una presión de vapor de 5 a 8 atmósferas. La torta de lignina se disgrega por la expansión del agua adherida y se expulsa, mezclada con vapor, en aproximadamente 15. 20. minuto. La mezcla de lignina y vapor se separa en un ciclón, en el que el residuo de lignina cae por la parte inferior mientras que el vapor escapa por la parte superior.

El percolador se halla entonces disponible para una nueva carga de viruta, una vez que se ha vuelto a cerrar la trampilla de vaciado.

25. Ejemplo de ejecución 2ª:

Eventualmente puede tener especial interés realizar únicamente una hidrólisis previa para obtener a continuación la celulosa, prácticamente no atacada, del material de partida, por ejemplo madera de haya, después de di

30.

11 OCT



solver la lignina. La hidrólisis previa sólo se diferencia de aquella del ejemplo de ejecución 1 por el hecho de que se emplea un tiempo de reacción algo menor con el fin de no deteriorar la celulosa y por el hecho de utilizar ácido nítrico en lugar de ácido sulfúrico con el fin de poder trabajar con aparatos chapados con V4A. El rendimiento de xilosa se reduce con ello del 18% al 10-16%, referido a la sustancia seca de madera de haya.

10. La concentración de la solución de xilosa es por ello algo más baja y, cuando se emplea una cantidad de líquido algo menor, es del 8%. Después de la hidrólisis previa se obtiene una carga de percolador de aproximadamente 20 t de sustancia seca de madera, que se transforma en celulosa de la siguiente forma.

15. La carga de reacción se obtiene disolviendo en una fracción de lejía residual apropiada productos químicos nuevos o la fusión obtenida por la combustión de la lejía residual. Si la transformación debe realizarse según el llamado procedimiento de sulfato, se agrega a la fusión disuelta en la fracción de lejía residual $\text{Ca}(\text{OH})_2$, de manera que se obtiene una cantidad de productos químicos frescos, disuelta en la lejía residual, de aproximadamente 5,2 t y compuesta de aproximadamente 3,5 t de NaOH, 0,85 t de Na_2S y 0,85 t de Na_2CO_3 , siempre que se utilice el sobrante procedente de la percolación anterior, es decir el líquido sobrante escurrido del material saturado después de cubrir la carga del percolador con la carga de reacción. La carga de reacción contiene por lo tanto

30. 5,2 t de productos químicos frescos + 4,6 t de sustancia seca de lejía residual + 30 t de agua.



- El sobrante de líquido extraído por la parte inferior, después de la penetración de esta carga a través del filtro previsto en la parte superior del cono del percolador (con inyección simultánea de vapor por la parte inferior del filtro) y después de un corto tiempo de permanencia para la compensación de la concentración, a través del filtro contiene entonces aproximadamente 1 t de productos químicos + 1 t de sustancia seca de lejía residual + 15 t de agua. En el percolador quedan después unas 20 t de sustancia seca de madera saturadas con una solución que contiene 4,2 t de productos químicos, 3,6 t de lejía residual y 55 t de agua.
- 5.
- 10.

- Esta carga de percolador saturada con líquido se calienta a continuación hasta una temperatura de 145°G, por medio de la adicción de vapor a través del filtro y con una diferencia de presión de al menos 0,8 atmósferas entre la parte inferior y la superior. Esta temperatura se mantiene después durante unos 30 minutos por medio de una adicción regulada de vapor.
- 15.

- A ello sigue el lavado de la lignina alcalina - formada por medio de cargas líquidas, formadas por las extracciones de lejía de las percolaciones precedentes, una vez que la o las primeras extracciones con la concentración más alta se segregan para la preparación. Las dos últimas cargas se componen entonces de agua, con el fin de obtener una celulosa perfectamente lavada. La temperatura de la carga del percolador puede ser en cada carga de extracción algo menor que la precedente, pero la temperatura de la última carga debe ser de al menos 110°C. El esquema que sigue reproduce los detalles del funcionamiento de la extrac
- 20.
- 25.
- 30.



ción de la lignina alcalina.

	Carga			Extracción		
	nº	Sustancia seca de lejía residual % en peso	Cantidad m ³	nº	Sustancia seca de lejía residual % en peso	Cantidad m ³
5.	1	10	30	1	17,6	47
	2	7,4	30	2	12,7	31
	3	3,6	30	3	8,8	31
	4	1,6	25	4	7,1	25
10.	5	agua	25	5	3,8	25
	6	agua	25	6	2,0	25

La primera extracción con 10 t de sustancia seca de lejía residual se subdivide entonces:

15. 3,2 t de sustancia seca de lejía residual y 15 t de agua se utilizan después, junto con el sobrante de la carga de reacción, que contiene 1 t de productos químicos, 1 t de sustancia seca de lejía residual y 15 t de agua, para disolver 3,2 t de productos químicos frescos con aproximadamente 0,4 t de materiales de lastre. En lugar de los productos químicos frescos también puede utilizarse la fusión obtenida de la combustión de la lejía, que debe tratarse todavía con sosa caústica. Esta solución total se utiliza después como carga de reacción para la percolación siguiente.

25. El resto de la primera extracción de 6,8 t de sustancia seca de lejía residual en 32 t de agua y de la segunda extracción de 3,7 t de sustancia seca de lejía residual en 25,5 t de agua (en total 10,5 t de sustancia seca de lejía residual en 57,5 t de agua) se segrega después y se lleva a la combustión de lejía para la generación de vapor y para la recuperación de los productos químicos.



micos.

El resto de la segunda extracción y de las extracciones siguientes sirven después, según orden y cantidad, para la preparación de las cargas de extracción -

5. 1-4 para la percolación siguiente.

Finalmente, todavía hay que observar que también es posible distribuir los productos químicos de transformación en 2 o tres cargas, en cuyo caso la segunda, eventualmente también la tercera carga son al mismo tiempo --

10. cargas de extracción. Antes de estas cargas de reacción y de extracción se puede calentar nuevamente de forma análoga hasta 140-150°C, manteniendo esta temperatura durante unos 15 a 30 minutos. Las restantes cargas de extracción se pueden realizar después con temperaturas escalonadamente más bajas. En el percolador se obtiene una celulosa (12-13 t de sustancia seca) con un elevado contenido en

15. α - celulosa, que se lleva después por medio de agua a un silo de celulosa y a la transformación ulterior.

N O T A

20. La Patente de Invención que se solicita por veinte años para España y sus Posesiones, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA LA PREPARACION QUIMICA DE MATERIAL CELULOSICO", con Prioridad de la Demanda de Patente en Alemania nº P 1567335.5, de fecha 17 de Octubre de 1967, según

25. las características esenciales de las siguientes:

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

1ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, en un percolador, compuesto de --

30. una parte cilíndrica, de una campana superior con armadu-



- ras de entrada y de salida de vapor y de un cono inferior en el que se aloja un filtro subdividido en altura, caracterizado por el hecho de que la cantidad de líquido de - reacción necesaria para cubrir el material celulósico en el
5. percolador, se introduce, con la concentración química deseada y con una temperatura inferior a la de su punto de - ebullición, por la parte superior del filtro dispuesto en el cono en el percolador que se halla a presión atmosférica o con una presión ligeramente superior, mientras que a
10. través de la parte inferior del filtro subdividido se introduce una cantidad de vapor a presión tal, que en el extremo superior de la zona del percolador lleno de líquido se obtiene una temperatura de mezcla de al menos 100°C, al mismo tiempo que el aire o los gases no condensables contenidos en el percolador escapan por la armadura situada en
15. la parte superior, después de lo cual se extrae, por medio de una inyección de vapor con una presión de aproximadamente 1 atmósfera en la parte superior del percolador, a través del filtro dispuesto en el cono inferior la cantidad de
20. líquido que sobrepasa la capacidad de absorción de la carga, procediéndose a continuación al calentamiento con vapor, a través del filtro y con la armadura de salida de vapor superior cerrada hasta la temperatura de reacción deseada, que se mantiene durante el tiempo de reacción necesario por una inyección de vapor desde abajo regulada.
- 25.

2ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho, de que el líquido de reacción para la transformación de la celulosa en azúcar se compone de

30. una solución de ácido mineral correspondientemente dilui-

1 OCT.



- da, al mismo tiempo que la concentración de iones hidrógeno equivale primeramente, para la transformación en azúcar de la semicelulosa, a la del ácido sulfúrico al 1%, - mientras que para la transformación en azúcar de la celulosa, en la segunda parte y después de lavar con temperatura y concentración de ácido reducidas las clases de azúcar obtenidas a partir de la semicelulosa, equivale a la de ácido sulfúrico del 3-5%.
- 5.
10. 3^a.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de en primer lugar y para la degradación al menos parcial de la semicelulosa se utiliza como líquido de reacción una solución de ácido mineral diluida con una concentración de iones hidrógeno equivalente aproximadamente a la de ácido sulfúrico al 1% y una --
15. temperatura de reacción inferior a 140°C, después de lo cual - una vez lavados con temperatura y concentración de ácido reducidas por medio de una cantidad de cuantos líquidos con concentración de azúcar decreciente, proceden
20. tes de percolaciones anteriores y finalmente con agua -- las clases de azúcar formadas a partir de la semicelulosa - se agrega en forma análoga un nuevo líquido de reacción que contiene productos químicos, tales como hidróxido sódico, sulfuro sódico y carbonato sódico, adecuados
25. para disolver la lignina, en una concentración tal que -- el líquido absorbido por el material celulósico contiene, después de la eliminación del exceso de líquido, la cantidad de productos químicos necesaria para la reacción deseada, al mismo tiempo que se utiliza una temperatura -
30. de reacción de al menos 140°C, después de lo cual se rea-



- liza el lavado de la lignina alcalina, que se halla en estado soluble, por medio de una gran cantidad de cuantos líquidos con una temperatura relativamente baja y con una -- concentración decreciente de la lignina alcalina y de los
5. productos químicos no consumidos, procedentes de las percolaciones anteriores y, finalmente, por medio de agua, calentándose entre cada dos cargas el material contenido en el percolador con vapor procedente de abajo, de manera que en el percolador casi sólo queda celulosa pura.
19. 4ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según las reivindicaciones 2ª ó 3ª, caracterizado por el hecho de que se trabaja con ácido nítrico con una concentración de iones hidrógeno correspondiente.
15. 5ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 3ª, caracterizado por el hecho de que el nuevo líquido de reacción contiene, junto a los productos químicos apropiados para la disolución de la lignina, lignina alcalina en solución, procedente de una percolación anterior.
20. 6ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 3ª ó 4ª, caracterizado por el hecho de que el nuevo líquido de reacción se compone al menos parcialmente de una o varias extracciones de una percolación de solución de lignina precedente, en la que se disolvieron las cantidades necesarias de productos químicos nuevos.
25. 7ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 2ª, caracterizado por el hecho de que el tiempo de reacción se cal
- 30.



- cula de tal forma que el azúcar formado alcanza como mínimo el 70% y como máximo el 90% de su concentración máxima posible, después de lo cual el azúcar formado se lava con temperatura y concentración de ácido reducidas y por el -
5. hecho de que, especialmente en la transformación en azúcar de la celulosa, se agrega a continuación líquido de - reacción nuevo iniciándose un nuevo periodo de reacción - de índole análoga, después del cual se lava nuevamente -- con temperatura y concentración de ácido reducidas.
10. 8ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según las reivindicaciones 2ª, 3ª, 4ª ó 7ª, caracterizado por el hecho de que el lavado del azúcar formado durante uno de los periodos de reacción se realiza con una gran cantidad de cuantos líquidos con con-
15. centración de azúcar decreciente, procedentes de una percolación anterior, realizándose un lavado final con agua.
- 9ª.- Procedimiento para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 7ª, caracte-
20. rizado por el hecho de que durante el tiempo de reac--- ción de aproximadamente 40 minutos de duración, la temperatura, necesaria para la degradación de la semicelulosa, es de 130-140°C, mientras que durante el primer periodo - de reacción, de aproximadamente 40 minutos de duración, - para la degradación de la celulosa es de 160-170°C. y du-
25. rante el segundo periodo de reacción, de unos 30 minutos de duración, para la degradación de la celulosa es de 170-190°C.
- 10ª.- Dispositivo para la preparación química - de material celulósico, para la realización del procedi-
30. miento según la reivindicación 1ª, caracterizado por el - hecho de que el filtro subdividido en altura, montado en



- el cono del percolador se compone de diferentes placas colocadas sobre travesaños del cono del percolador, estando provistas estas placas de orificios que se ensanchan del interior al exterior y cuyo diámetro menor es de 2-5 mm,
5. preferentemente 3-4 mm, al mismo tiempo que los orificios se distribuyen sobre la superficie total del filtro con una separación uniforme tal que su sección total, medida en el punto más estrecho de los orificios cónicos, representa el 0,2-4%, preferentemente el 0,5-1,5% de la sección del percolador.
- 10.

11ª.- Dispositivo para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 10ª, caracterizado por el hecho de que los dos elementos de filtro están hermetizados uno con relación al otro y por el hecho de que posean varios racores distribuidos uniformemente sobre la periferia del cono, estando unidos estos racores y provistos de válvulas de cierre comunes.

15ª

12ª.- Dispositivo para la preparación química de material celulósico, según las reivindicaciones 10ª u 11ª, caracterizado por el hecho de que la separación horizontal de los orificios dispuestos en filas superpuestas posee un valor máximo, mientras que la separación de las filas de orificios superpuestas decrece, partiendo del borde superior del elemento de filtro superior y hacia abajo, uniformemente hasta un valor igual a la mitad o a un tercio del valor máximo indicado en el borde inferior del elemento de filtro inferior.

20.

25.

13ª.- Dispositivo para la preparación química de material celulósico, según la reivindicación 12ª, caracterizado por el hecho de que los orificios de las fi-

30.



las de orificios superpuestas están desplazados uno con relación al otro, de manera que la separación entre los orificios resulta lo más uniforme posible.

5. 14ª.- Dispositivo para la preparación química de material delulósico, según una o varias de las reivindicaciones 10ª-13ª, caracterizado por el hecho de que el elemento anular superior del filtro cónico no posee orificios.

10. 15ª.- Dispositivo para la preparación química de material celulósico, según una o varias de las reivindicaciones 10ª-14ª, caracterizado por el hecho de que el elemento de filtro inferior posee aproximadamente un 50-67% más orificios que el elemento de filtro superior.

15. 16ª.- "PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA LA PREPARACION QUIMICA DE MATERIAL CELULOSICO".

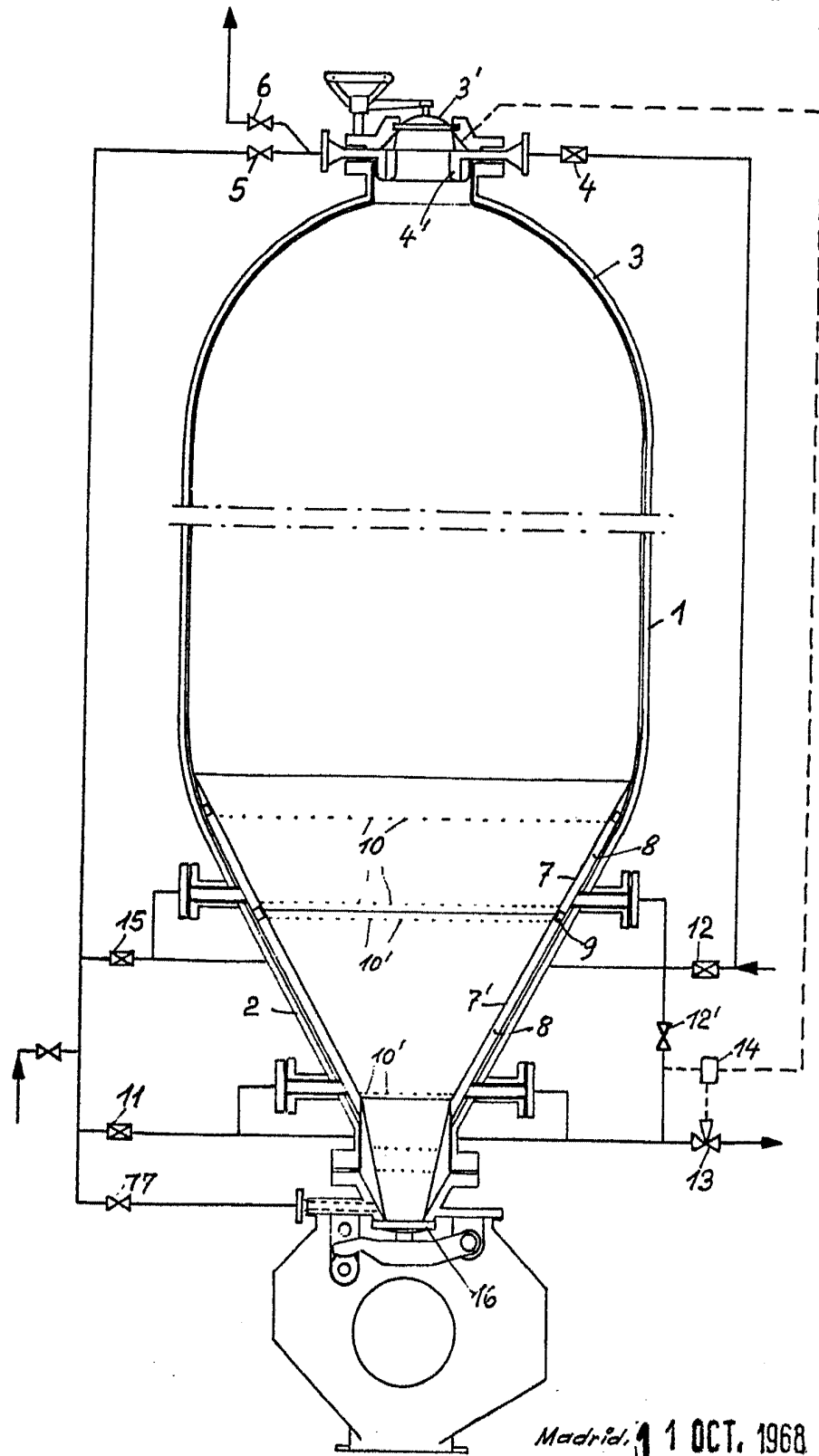
Según queda sustancialmente descrito en la pre-
.../...

558073

RUDOLF EICKEMEYER

Hoja única

1 OCT.



Escala variable

Madrid, 1 OCT. 1968
 RUDOLF EICKEMEYER
 P. P. FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
 P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera