

P.- 40.218

S 5925
227/6/Km

361093

15 ENE. 1969

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I.P.C.

CLASE C-07

SUBCLASE G

para solicitar **PATENTE DE INVENCION**

por **20 años**

a nombre de **SPOLEK PRO CHEMICKOU A HUTNI VYROBU NÁRODNÍ
PODNIK USTÍ NAD LABEM**

entidad / ~~denominada~~ **checoeslovaca**

con domicilio en **Usti nad Labem, Checoeslovaquia**

por: ***METODO DE ESTABILIZACION DE COMPUESTOS DE LIGNINA***
(Clase Internacional C07k)

30-12-68

- 1 -

**POOR
QUALITY**

El presente invento se refiere a un método de estabilizar compuestos de lignina líquidos ácidos, y más particularmente de tales compuestos que han sido preparados disolviendo compuestos de lignina en ácidos fuertes bajo mezclas de alcoholes y/o cetonas y/o cetona-alcoholes.

Como es bien conocido, compuestos de lignina, tales como, particularmente, alcoholligninas, ligninas alcalinas y ácidos ligninsulfónicos, reaccionan aún a la temperatura ambiente con los ácidos fuertes, tales como por ejemplo, con ácido sulfúrico, ácido fenolsulfónico, o ácido etilsulfúrico, especialmente en presencia de cetonas y alcoholes, dando lugar a algunos productos líquidos fuertemente ácidos que pueden emplearse como endurecedores para resinas de furano y monómeros. Una desventaja de los productos antedichos, que reduce el uso práctico de los mismos como agentes endurecedores, consiste en su estabilidad bastante baja en estado líquido. Así, por ejemplo, con productos preparados disolviendo metilignina o lignina alcalina en ácido sulfúrico con una mezcla de etanol, la transición de los mismos desde el líquido a la fase de gel tiene lugar ya dentro de un periodo de uno a tres horas a una temperatura ambiente de 20° centígrados. De la misma manera productos análogos preparados a partir de licores o soluciones de sulfito desecadas se gelatinizarán entre 5 y 10 días de tal manera que son apenas útiles en la práctica como endurecedoras.

A fin de eliminar o por lo menos mitigar los inconvenientes de la técnica anterior como se han indicado anteriormente, se proporciona un método mejorado de estabilizar compuestos de lignina líquidos ácidos prepa-

dos disolviendo compuestos de lignina en ácidos fuertes bajo mezclas de alcoholes y/o cetonas y/o cetonas-alcoholes, el cual método, de acuerdo con el invento, consiste en que dichos compuestos de lignina son disueltos en ácido sulfúrico, ácido fenolsulfónico o ácido alcohilsulfúrico, o eventualmente en una mezcla de dichos ácidos en presencia de carbonada, variando la relación en peso del compuesto de lignina a la carbonada entre 1:2 y 5:1. Como materiales de partida para los propósitos del presente invento pueden, por ejemplo, utilizarse alcohiligninas aisladas a partir de los productos residuales de los procedimientos de alcoholización de madera, además de ligninas alcalinas de los procedimientos de sulfatación en la manufactura de la celulosa, y ácidos ligninsulfónicos en forma de licores de sulfito, de desecho procedentes de las papeleras que producen celulosa al sulfito. Utilizando el método de estabilización de acuerdo con el presente invento, la estabilidad de los compuestos de lignina líquidos ácidos puede extenderse a más de un año, sin que pueda ocurrir gelatinización alguna. La estabilidad del producto final, por otra parte, no está influenciada por el tipo del ácido utilizado. A fin de desodorizar el licor de sulfito, es posible añadir alrededor del 1 por ciento de peróxido de hidrógeno a los compuestos de lignina estabilizados.

Los siguientes ejemplos se dan solamente como ilustrativos, sin limitar, sin embargo, la invención a los detalles específicos de los mismos.

EJEMPLO I.— Se mezclan 50 gramos de etanol con 75 gra-

nes de licor de sulfito desecado y 50 gramos de carbonada
en donde son añadidos gradualmente 75 gramos de ácido sul-
fúrico concentrado bajo agitación continua a una velocidad
5 70^o centígrados. Una vez que la solución se hace homoge-
nea, será enfriada a 25^o centígrados. El producto resul-
tante es una sustancia parda, viscosa, que permanece en
estado líquido y que está lista para procedimiento de fa-
bricación durante más de 24 meses. Sin el aditivo de car-
10 baida el producto de reacción gelatinizará a la tempera-
tura ambiente de 20^o centígrados antes de 10 días.

EJEMPLO 2.- Se mezclaron 100 gramos de ácido fenolsulfú-
nico calentados a 70^oC centígrados con 50 gramos de ligni-
15 na alcalina de abeto y 50 gramos de carbonada. La mezcla
se agitará a la temperatura de 70^o centígrados hasta que
dé lugar a una solución homogénea. El producto de la reac-
ción se enfría a 45^o centígrados en los cuales se añaden
60 gramos de acetona. La mezcla se calentará luego a 70^o
20 centígrados. Después de enfriar a 30^o centígrados se aña-
de otra mezcla de 40 gramos de glicol. El producto resul-
tante es un líquido viscoso oscuro capaz de mantenerse lí-
quido durante por lo menos 12 meses. El producto prepara-
do sin mezclar carbonada, gelatinizará espontáneamente -
25 dentro de dos horas a la temperatura ambiente.

EJEMPLO 3.- Se mezclaron 200 gramos de ácido etilsulfú-
rico con 200 gramos de metilignina y 50 gramos de carba-
nada a una temperatura hasta 60^o centígrados hasta que se
50 obtiene una disolución homogénea. A la disolución se aña-

den 60 gramos de ciclohexanona, el producto después de mezclar se enfría a 25° centígrados, y finalmente se le incorpora otro aditivo de 40 gramos de diacetona-alcohol. El producto obtenido es un líquido viscoso coloreado de oscuro que posee análoga estabilidad al producto referido en el precedente EJEMPLO 2.

EJEMPLO 4.- Se resolan 100 gramos de una mezcla de ácido fenolsulfónico y ácido etilsulfúrico (en la relación de 1:1) con 70 gramos de lignina alcalina y 140 gramos de carbamida a una temperatura de hasta 60° centígrados hasta que se consigue una solución homogénea. A la mezcla se añaden 50 gramos de acetofenona, se enfría el producto a 40° centígrados, se completa con 35 gramos de ciclohexanol, y finalmente se enfría a 25° centígrados. Se obtiene un líquido viscoso coloreado de oscuro que tiene análoga estabilidad al producto descrito en el anterior EJEMPLO 2.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Checoslovaquia el 6 de Diciembre de 1.967, bajo el número PV 8627-67, se recoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se

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

5 1.- Método de estabilizar compuestos de lignina líquidos ácidos preparados disolviendo compuestos de lignina en ácidos fuertes bajo mezclas de alcoholes y/o cetonas y/o cetonas-alcoholes, que comprende disolver dichos compuestos de lignina en ácido sulfúrico, ácido fenolsulfónico o ácido alcohilsulfúrico, o en mezclas de
10 los mismos en presencia de carbonada.

2.- Método según la reivindicación 1, en el que la relación en peso de los compuestos de lignina a carbonada varía entre 1:2 y 5:1.

15 3.- Método de estabilización de compuestos de lignina.

El y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid. 15 ENE. 1969

Alfredo de Hoz
Por Pedro