

124321

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA.- BASILEA (Suiza).



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

para "Un procedimiento para la producción de nuevas soluciones de celulosa"-----

a favor de la: SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA, de nacionalidad suiza, domiciliada en: 141, Klybeckstrasse, BASILEA (Suiza).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La solicitante ha encontrado que las sales de amonios cuaternarios en estado líquido, preferentemente en presencia de disolventes adecuados, tienen la propiedad inesperada de disolver la celulosa con formación de soluciones más o menos viscosas. Entre estos disolventes pueden citarse especialmente las bases anhidras que contienen nitrógeno, tales como el amoníaco anhidro o las bases orgánicas que no descomponen las sales de amonios cuaternarios, tales como las alcoilaminas (por ejemplo, la mono-, di- o trimetilamina, la anilina, la monometilanilina, la dimetilalanilina, la piridina, la picolina,



la lutidina, las bases de piridina técnicas, las mezclas de estos derivados, etc.).

Entre las sales de amonios, los halogenuros, tales como los cloruros, los bromuros y los ioduros, son las más adecuadas. También pueden emplearse otras sales inorgánicas u orgánicas. Además, entre los mismos halogenuros de amonios, los que se derivan de ésteres de hidrácidos halogenados derivados de alcoholes que contienen a su vez hasta 8 átomos de carbono, tales como los cloruros de bencilo, de etilo, de propilo o de butilo o los halogenuros de hexilo y de octilo dan especialmente buenos resultados. Asimismo pueden obtenerse buenos resultados con otros halogenuros, por ejemplo con los ésteres de ácidos grasos halogenados, tales como el éster cloracético, o con productos no saturados, tales como los halogenuros de alilo. La celulosa puede ser precipitada de las soluciones así obtenidas mediante precipitantes adecuados, lo que permite obtener, según las condiciones elegidas, hilos, películas, masas artificiales, etc.

Las nuevas soluciones de celulosa así obtenidas contienen la celulosa en una forma muy activa. Estas soluciones pueden conservarse por tiempo ilimitado. También pueden añadirse a estas soluciones, en caso conveniente, diluyentes anhidros y otros aditamentos adecuados. Entre estos aditamentos pueden citarse, por ejemplo, los reductores tales como el paraformaldehído, la glucosa, la lactosa, etc. Además, pueden mencionarse asimismo como aditamentos adecuados el almidón, la dextrina, etc.



Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención sin limitarla no obstante.

EJEMPLO 1

40 200 partes de cloruro de bencil-piridinio anhidro se muelen en un agitador y se calientan a 110-115° C. A esta temperatura se añaden, agitando, 10 partes de celulosa (preferentemente en forma de celulosa regenerada) y se mantiene la mezcla a esta temperatura, agitándola continuamente, hasta que se forme una mezcla homogénea.

EJEMPLO 2

Una mezcla de 1200 partes de piridina seca y 700 partes de cloruro de bencilo se calienta, agitándola, de modo tal que la temperatura no pase de 95° y hasta que quede completamente terminada la formación del cloruro de bencil-piridinio y la mezcla se transforme en una solución clara.

50 En la solución de piridina del cloruro de bencil-piridinio se introducen 100 partes de celulosa regenerada finamente dividida, y se agita la mezcla calentándola hasta 110° y hasta que se obtenga una solución homogénea de celulosa.

EJEMPLO 3

55 100 partes de cloruro de bencil-piridinio se mezclan, a 110-115°, con 20 partes de piridina y se añaden luego 6 partes de celulosa (preferentemente en forma de celulosa regenerada) a la solución homogénea. Sin cesar de agitar se mantiene la mezcla a 115° C., operación durante la cual la



60 celulosa se disuelve formando un líquido viscoso.

EJEMPLO 4

100 partes de piridina seca, 60 partes de cloruro de bencilo y 11'2 partes de celulosa seca (preferentemente en forma de celulosa regenerada) se introducen en un agitador. La mezcla se agita y calienta hasta que se inicie la re-
65 ción con desprendimiento de calor. Sea por enfriamiento, sea más tarde por calefacción, se mantiene la temperatura de la mezcla a 115°, sin dejar de agitarla. Con la formación del cloruro de bencil-piridinio se observa que la celulosa se hin-
cha y que después, según la elección de la celulosa empleada,
70 esta se disuelve, al cabo de algunos minutos o de varias ho-
ras, formando un líquido muy viscoso de color rojo parduzco. La piridina puede ser reemplazada por otras bases terciarias o por mezclas de las mismas, por ejemplo por una mezcla de
75 75 partes de piridina y 25 partes de picolina. Por hilatura de las soluciones así obtenidas, por ejemplo en el agua, en los ácidos diluídos, en los alcoholes, etc., se obtienen hi-
los de celulosa de una tenacidad especial.

EJEMPLO 5

8 partes de celulosa sulfítica blanqueada y seca se introducen en una mezcla de cloruro de alil-piridinio y de pi-
80 ridina, obtenida calentando juntas, en baño maría y en un apa-
rato provisto de refrigerante ascendente, 50 partes de cloruro de alilo y 100 partes de piridina, hasta la formación comple-



- 5 -

ta de la sal de amonio cuaternaria. La mezcla se agita a 105-110°, hasta la completa disolución de la celulosa. Se obtiene
85 así una solución viscosa la cual vertida en el agua precipita la celulosa en forma de masas coherentes.

EJEMPLO 6

100 partes de cloruro de etil-piridinio se disuelven en 50 partes de piridina y después se introducen 7'5 partes de litros secos en la solución clara calentada a 90-95°, agitando
90 la mezcla a esta temperatura. La celulosa se hincha rápidamente y forma una masa viscosa que al continuar agitando se transforma completamente en una solución muy viscosa perfectamente adecuada para la hilatura. Las propiedades del material que se ha de hilar pueden mejorarse incorporando aditamentos,
95 tales como paraformaldehido, glucosa, lactosa, almidón, dextrina, etc., a la celulosa durante el proceso de disolución. La viscosidad de la solución de celulosa puede disminuirse, en caso conveniente, elevando la temperatura de disolución o por calefacción prolongada de la mezcla. Se obtienen igualmente so-
100 luciones de celulosa reemplazando las 50 partes de piridina por 32 partes de anilina o por 37 partes de monometilanilina.

EJEMPLO 7

75 partes de éster etílico del ácido monocloracético y 100 partes de piridina se calientan, agitando, a 95-110° y hasta que se forme completamente el producto de adición. Des-
105 de que se inicia la reacción se cuida de que la temperatura no



exceda de la graduación indicada. 10 partes de celulosa re-
generada y seca obtenida a partir de la viscosa se introdu-
cen, en estado de fina división, en la solución amarilla ob-
tenida de éster etílico del cloruro del ácido piridinio-acé-
110 tico en la piridina, y se agita el todo a 105-110° hasta la
completa disolución de la celulosa, operación que requiere de
media hora a una hora. Se obtiene así una solución de celu-
losa de color pardo y viscosa, la cual puede hilarse en el
agua en hilos apenas coloreados.

115 En general, se recomienda ejecutar las operaciones
descritas en la presente invención al abrigo del aire o en
presencia de un gas inerte.

En todos estos ejemplos puede emplearse como disolven-
te la piridina pura o la piridina técnica seca.

N O T A

120 Por la patente de invención a que se refiere la presen-
te memoria descriptiva se REIVINDICA:

1.- La propiedad y la explotación exclusiva de un pro-
cedimiento para la preparación de soluciones de celulosa, con-
sistente en disolver la celulosa en sales de amonios cuaterna-
125 rios en estado líquido.

2.- La propiedad y la explotación exclusiva de un pro-
cedimiento para la preparación de soluciones de celulosa, con-
sistente en disolver la celulosa, en presencia de bases líqui-
das que contienen nitrógeno, en las sales de amonios cuaterna-
130 rios en estado líquido.



3.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento para la preparación de soluciones de celulosa, consistente en disolver la celulosa, en presencia de bases líquidas que contienen nitrógeno, en los halogenuros de amonios cuaternarios en estado líquido, derivados a su vez de bases terciarias cíclicas de la serie de la piridina y de ésteres de un hidrácido halogenado derivado a su vez de un alcohol que no contenga más de 8 átomos de carbono.

4.- La propiedad y la explotación exclusiva del objeto de la patente, sean cuales fueren las circunstancias que concurren con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

"Un procedimiento para la producción de nuevas soluciones de celulosa".

Consta la presente memoria de siete hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 26 de Septiembre de 1931.

P. p. de la: SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN

BASILEA,

J. BONET DEL RIO

P. P.

Quampassans