

1 96 090



71

H/v.

196090

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una patente de invención por veinte años en España, por: "Procedimiento para la obtención de viscosa partiendo de celulosa de pino", a favor de la r.s. Phrix-Werke Aktiengesellschaft, residente en Hamburg, 36 (Alemania) Esplanade, 36a.--

=====

5 En la obtención de viscosa se impregna la celulosa con lejía alcalina y en general después de una llamada maduración previa, esto es después de un almacenaje algo largo de la celulosa alcalina al aire y temperatura elevada, se convierte en xantogenato de celulosa por acción de sulfuro de carbono. La maduración previa puede también realizarse por actuación de oxidantes, que pueden incorporarse a la celulosa alcalina ya en la misma obtención. Una celulosa alcalina no premadurada propor-

196090

11 EN

2.-



ciona xantogenatos que se disuelven relativamente mal y proporcionan viscosas de una viscosidad extraordinariamente elevada, que prácticamente no permiten hilarse.

5 Si este procedimiento conocido se intenta trasladarlo a la obtención de viscosas partiendo de celulosa de pino o coníferas, que se ha obtenido por el procedimiento del sulfato, entonces se comprueba sorprendentemente que solo incompletamente se logra una viscosización. Ciertamente la celulosa convertida en celulosa alcalina y previamente madurada se transforma como de ordinario, con sulfuro de carbono, pero la disolución del xantogenato obtenido ofrece dificultades extraordinarias. A pesar de mezclar intimísimamente el xantogenato con la lejía disolvente se comprueban en la viscosa obtenida muchas porciones no disueltas, la viscosa presenta trozos de ribras y fibras solo incompletamente disueltas y fuertemente hinchadas.

10

15

Una viscosa de esta clase no se deja prácticamente filtrar, pues los filtros después de breve tiempo se obstruyen. Por eso en los círculos especializados ha cundido la opinión de que una celulosa de coníferas obtenida por el método del sulfato, no se presta para la obtención de viscosa.

20

Ahora bien de modo sorprendente se ha descubierto que se logra convertir fácilmente en viscosa celulosa de pino obtenida por el método del sulfato cuando el grado de polimerización de la celulosa, antes de actuar la lejía alcalina se rebaja a un grado que determinado por los métodos usuales, se encuentra aproximadamente en el orden de magnitud de 600. Propiamente no puede lograrse el mismo resultado por prolongación de la madurez previa de la celulosa alcalina ya acabada, método, que como se sabe, provoca también una reducción del grado de polimerización.

25

30 Mientras que una celulosa tratada de antemano convenientemente



5 con grado de polimerización reducido suministra excelentes viscosas homogéneas y que en nada ceden a los productos obtenidos de otras celulosas, por ejemplo de celulosas al sulfito, las celulosas de pino de grado elevado de polimerización aun cuando se prolonguen mucho la madurez previa, no proporcionan viscosas homogéneas bien hilables, aun cuando la viscosidad de estas disoluciones pueda, realizando convenientemente la maduración previa, encontrarse por completo dentro de los límites usuales.

10 La reducción del grado de polimerización de la celulosa de coníferas obtenida por el método al sulfato, se realiza según una forma preferida de ejecución del invento, del modo más sencillo por un tratamiento oxidante, especialmente por actuación de cloro en disolución alcalina. Este método de trabajo se ha comprobado ser muy conveniente a causa de que la celulosa antes de
15 su elaboración en viscosa debe someterse a un blanqueo, el cual se realiza generalmente mediante disoluciones de hipoclorito alcalino. Según el invento no basta, sin embargo, un simple blanqueo, sino que éste debe realizarse de modo que al mismo tiempo se presente la reducción perseguida del grado de polimerización,
20 cuidando, por motivos económicos, que se desintegren las menores porciones posibles de la celulosa en hemicelulosa o en combinaciones completamente solubles, las cuales reducen el rendimiento y en ciertas circunstancias perjudican la resistencia de las fibras obtenidas de la viscosa.

25 Los mejores resultados se obtienen realizando el blanqueo en un proceso de cuatro etapas, como en principio se hace con el conocido procedimiento Thorne-Bellmer. Aquí las diversas etapas deben prolongarse o las temperaturas de tratamiento deben ajustarse de modo que se alcance el grado requerido de polimerización.
30



Los siguientes ejemplos explicarán el procedimiento:

Ejemplo 1

Se emplea una celulosa de pino al sulfato, la cual después de la cocción se blanqueó brevemente con agua de cloro y presentaba un grado de polimerización de próximamente 1.050. 100 kg. de esta celulosa que posee una viscosidad al cobre de cP 20, se alcalinizan con 1500 kg de lejía de sosa cáustica al 18 % durante 60 minutos, se exprime inmediatamente a 200 kg. y se desfibra. La celulosa alcalina se madura durante 48 horas a 23° y entonces alcanza una viscosidad Cu de cP =5. La celulosa alcalina premadurada se sulfura con 35 % CS_2 (referido a la celulosa) y se disuelve en una viscosa de 8 % de celulosa y 7 % de NaOH . La viscosa tiene una viscosidad de 40 seg. y presenta muchas partículas no disueltas, como trozos de fibra, fibras hinchadas y partículas indefinibles de suciedad. La facultad de filtración de esta viscosa es muy mala y por el método del grupo da un KW =350.

Ejemplo 2

Una celulosa de pino obtenida por el método al sulfato se somete a un blanqueo durante 4 horas con agua de cloro, lejía de sosa cáustica e hipoclorito sódico. En la primera fase el material en una cuba de agitador se pone con agua a una densidad de 3-6 % y se trata con 2-2,5 % de cloro, calculado por el material seco, a temperaturas de 20-25° durante unos 45 minutos. El cloro puede incorporarse del modo más sencillo en forma de agua de cloro, que contiene aproximadamente 5 g de cloro por litro. El pH de la disolución se ajusta a unos 2-3.

Después de este tratamiento se separa el material del agua de cloro por filtración y después de un lavado intermedio con agua, llega a un recipiente mezclador, en el que se pone a

1 96 090

5.- 11 EN 5



una densidad de 3-7 %. En este recipiente mezclador tiene lugar la actuación de una lejía de sosa cáustica cuya concentración sea de 1 % de NaOH, referido al material seco. El tiempo de tratamiento se calcula en una hora próximamente.

5 El material tratado por álcalis se priva lo más posible de la lejía de sosa cáustica, por ejemplo en un filtro celular y después de breve lavado con agua, se pone a una densidad de 14-18 %. En esta forma el material se trata en otro depósito mezclador durante próximamente 2,5 horas a la temperatura del local con una disolución de hipoclorito sódico que contiene 1-1,5 % de cloro activo. En lugar de la disolución de hipoclorito sódico puede también utilizarse una disolución de hipoclorito cálcico que presente la misma concentración en cloro activo. El pH de la disolución es de unos 8-10.

10
15 Después de filtrar y lavar nuevamente, llega por último el material a un molino blanqueador, en el que se ajusta una densidad de 6 % y aquí a temperatura algo elevada de unos 40-45° se blanquea definitivamente con una disolución de hipoclorito sódico, o cálcico que contenga 1-1,3 % de cloro activo. Las concentraciones de cloro se refieren siempre al material absolutamente seco. La duración del blanqueo definitivo se regula según el tono de color perseguido y según el grado de polimerización. Dura unas 6-8 horas y debe ejecutarse de modo que el grado de polimerización del material definitivamente tratado sea de unos 600.

20
25 El material así tratado se lava luego, como de ordinario, se desacidifica y se lava definitivamente.

30 100 kg de una celulosa de pino al sulfato tratada previamente de este modo y que presenta una viscosidad al cobre de $\eta_{sp} 10,5$, se alcalinizan como en el ejemplo 1, durante 16 minutos

1 96 090

6.-

11 E



5

con 1500 kg de lejía de sosa cáustica a 18 %, se exprimen luego hasta 300 kg y se des fibran. La premaduración de la celulosa alcalina se acorta a 18 horas, con lo que se llega de nuevo a una celulosa alcalina de CP=5. El ulterior tratamiento se realiza como en el ejemplo 1. La viscosa resultante carece de fibras y es clara. El KW se determina con 45.

10

Los datos textiles de los hilos obtenidos de esta viscosa no se diferencian en nada de los datos de una fibra artificial preparada de igual modo con celulosa al sulfito para seda artificial.

=====

=====

=====

1 96 090

7.-

11E



N O T A.-
=====

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la obtención de viscosa partiendo de celulosa de pino obtenida por el método al sulfato, caracterizado porque la celulosa, antes de su alcalinización, se lleva a un grado de polimerización inferior aproximadamente a 610.

10 2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la reducción del grado de polimerización de la celulosa se efectúa por tratamiento con disoluciones de hipoclorito alcalino.

3.- Procedimiento para la obtención de viscosa partiendo de celulosa de pino.

15 Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de siete hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 11 de Enero de 1951.