

AL/

Caso L S B - 66

222321

222221



P A T E N T E D E I N T R O D U C C I Ó N

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S. A. - de nacionalidad española -
domiciliada en Av. de José Antonio Primo de Rivera, nº 654

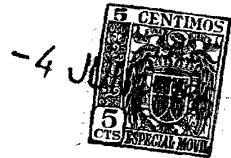
BARCELONA

por:

" Mejoras en la fabricación de productos de celulosa r^{eg}-
nerada, partiendo de pulpa de madera."

-----:oOo:-----

M e m o r i a D e s c r i p t i v a



Esta patente está relacionada con la producción de productos celulósicos y tiene por objeto general el mejoramiento de una o más etapas de elaboración en la producción de tales productos. El procedimiento de esta
5 patente proporciona ventajas especiales en la preparación y elaboración de viscosa derivada de pulpa de madera, preparada químicamente, ayudando en esta conexión a mejorar las etapas de trituración, filtrado e hilado de viscosa.

Se emplean ampliamente las pulpas de madera químicamente preparadas en las artes industriales para la
10 producción de productos celulósicos como rayón y otras fibras sintéticas, nitrocelulosa, acetato de celulosa, éteres celulósicos, celofán y películas y placas parecidas de celulosa, etc. La pulpa de madera se prepara y vende
25 comunmente en forma de placas o cartones y la pulverización o trituración es una de las primeras etapas en la elaboración subsiguiente. Cuando se emplea la pulpa de madera en masa, húmeda o seca, el triturado o la pulverización es frecuentemente una etapa incluida en la elaboración
20 subsiguiente. Ya que una elaboración subsiguiente así usualmente envuelve la conversión de la celulosa de la pulpa de madera en algún derivado de celulosa y en una solución del derivado en un disolvente adecuado, el objeto de la trituración es descomponer la placa para formar
25 una masa suelta, donde las fibras individuales estén adecuadamente expuestas a la acción del reactivo o de los reactivos, formadores del derivado. Así, por ejemplo, en la producción de viscosa, se remoja usualmente la placa de pulpa de madera en una solución de sosa caustica con
30 lo cual se forma álcaliocelulosa, y ésta, después de prensada y todavía en forma de placas, se tritura o pulveriza



para preparar propiamente las fibras celulósicas para la
reacción de xantogenación con disulfuro de carbono. El ce-
lulosaxantato sódico resultante se disuelve en sosa cáus-
tica diluida dando la solución usualmente llamada visco-
sa que se opacifica, si se desea, se filtra y se hila a fi-
lamentos.

Las pulpas normales de madera a disolver actual-
mente usadas consisten principalmente en celulosa, pero
contienen cantidades apreciables de impurezas no celulósicas
como hemicelulosa, grasas, resinas, ceras, etc. Una de las
finalidades principales en la manufactura de una pulpa a
disolver, altamente refinada, es la eliminación mas comple-
ta posible de las impurezas no celulósicas a fin de obte-
ner una pulpa mas blanca y más pura, apta para producir
en la manufactura de rayón un hilo de calidad superior.

No obstante, no todas las impurezas no celulósi-
cas que se pueden eliminar son indeseables, y en efecto,
ciertas de estas impurezas, normalmente presentes en can-
tidades pequeñas, son en alto grado beneficiosas en ayu-
dar la elaboración de la pulpa a viscosa, especialmente
respecto a la etapa de la trituration de la alcalicelulo-
sa. Estas impurezas beneficiosas que ayudan la operación
de trituration probablemente son de la naturaleza de lu-
bricantes de fibras que permiten la trituration rigurosa
de la pulpa remojada y prensada hasta obtenerla en condi-
ciones perfectas, trituration que será más fácil y no pro-
ducirá daño mecánico a las fibras de álcalicelulosa, ya que
en otro caso éstas reaccionarian incompletamente con el
disulfuro de carbono. En una pulpa que no ha sido altamen-
te refinada, la mayoría de estas impurezas beneficiosas
constituye una porción de los materiales eliminables con



disolventes orgánicos, como por ejemplo, éter, benzol, alcohol, etc. Estas impurezas beneficiosas, frecuentemente llamadas sencillamente "resinas", son principalmente de la naturaleza de ceras, grasas y resinas, estando estas últimas frecuentemente presentes en cantidad relativamente pequeña.

Teóricamente se podría resolver el problema de la preparación de una buena pulpa eliminando todas las impurezas indeseables y reteniendo todas aquellas que facilitan la trituración lubricando las fibras o de otro modo. Pero en la práctica es difícil conseguir una separación de esta índole.

Se pueden obtener según esta patente mejores resultados eliminando casi todas las impurezas, incluso aquellas que sirven beneficiosamente como lubricantes de las fibras de alcalicelulosa durante el triturado, y añadiendo luego a la pulpa o a la alcalicelulosa antes de la compleción del triturado una cantidad suficiente de un agente que produzca una acción parecida y que puede ser más efectivo que las impurezas naturales beneficiosas.

Las pulpas de madera, blancas, altamente purificadas o refinadas son muy ventajosas en la producción de hilos de rayón de alta calidad de resistencia y color superiores y por esta razón se estiman mucho en el comercio. Para tales pulpas altamente refinadas es generalmente característico que su extracto etérico es de 0,15 % ó menos, refiriéndose este valor a la cantidad de material natural extraíble con éter que queda en la pulpa después del proceso de purificación. El procedimiento de esta patente es particularmente aplicable a tales pulpas altamente refinadas que no contienen mas de 0,15 % de material extraíble con



éter, pero se puede también aplicar con ciertas ventajas a la elaboración de pulpas normales a disolver, que contienen substancialmente más de 0,15 % de material extraíble con éter, aunque tales pulpas generalmente no rinden hilos de la máxima calidad y su elaboración a alcali-
5 celulosa triturada no está conectada con dificultad particular alguna.

Se ha descubierto un tipo de agentes, a saber, óxidos polietilénicos, que lubrican y protegen las fibras de
10 alcali-
celulosa durante la trituración y que son químicamente completamente distintos de las impurezas beneficiosas naturalmente presentes en la pulpa. Estos agentes son solubles en agua. Generalmente son mucho más efectivos en
15 ayudar la trituración que las impurezas beneficiosas naturalmente presentes en la pulpa. Además estos agentes ejercen una influencia beneficiosa sobre ciertas etapas subsiguientes en la preparación y elaboración de la viscosa a rayón, influencia que no ejercen las impurezas beneficiosas naturales. Basado en estos descubrimientos, se obtiene
20 el mejoramiento de una o varias de las etapas de elaboración en la producción de productos celulósicos de pulpa de madera químicamente preparada por la realización de una o varias de estas fases de elaboración en la presencia de óxido polietilénico. Cuando se aplica a la preparación y
25 elaboración de la viscosa derivada de pulpa de madera preparada químicamente, se efectúa la trituración de la alcali-
celulosa o al menos la etapa final de trituración y el hilado de la viscosa en la presencia de óxido polietilénico. Cuando se pretende solamente el mejoramiento del
30 hilado de la viscosa, es inessential de que materia prima celulósica se ha derivado la viscosa.



Los óxidos polietilénicos se preparan comunmente polimerizando óxido etilénico con agua en la presencia de un catalizador adecuado, como el hidróxido sódico, y preparados así, tienen la fórmula empírica $(C_2H_4O)_n \cdot H_2O$, donde n es cualquier número mayor de 1. Los productos polimerizados varían desde líquidos viscosos a ceras duras dependiendo del grado de polimerización. Tal como resultan en la preparación común, los productos polimerizados no son compuestos homogéneos, sino una mezcla de varias longitudes de cadena de distinto grado de polimerización, de limitada extensión. Los glicoles polioxi-etilénicos (algunas veces llamados polietilenglicoles) que se pueden preparar por reacciones de condensación de tal forma que tengan naturaleza homogénea, son estructuralmente idénticos con los óxidos polietilénicos preparados en la presencia de agua e hidróxido sódico y son igualmente adecuados para la práctica de este procedimiento y los incluimos intencionalmente bajo la designación genérica de óxidos polietilénicos, mientras que los productos polimerizados cuya fórmula es $(C_2H_4O)_n \cdot H_2O$ (o bien su forma extendida $HO(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2OH$) son los agentes preferidos para este procedimiento, el término óxido polietilénico incluye intencionalmente genéricamente todo el producto que consiste substancialmente en grupos C_2H_4O , independientemente de algún grupo pequeño terminal o algunos grupos pequeños terminales, otros que hidróxilo, que pueda contener. Con una cadena larga de óxido polietilénico la substitución de los grupos hidróxilo por cualquier otros grupos pequeños tiene un efecto relativamente pequeño y el producto resultante de substitución da igualmente, al menos en parte, las ventajas del invento. Así el término óxido polietilénico inclu-



5 ye intencionalmente tambien los productos que tengan la
cadena de óxido polietilénico relativamente larga como
la parte mayor de la molécula y uno o dos grupos termina
les que consistan en grupos halogenados o hidrocarburos
que no contengan más de siete átomos de carbono y que se
hallen ligados con el óxido polietilénico mediante oxígeno
o azufre.

10 Se ha encontrado que todos los óxidos polietilénicos,
incluso el dietilenglicol (el óxido polietilénico más sencillo)
son adecuados para las finalidades de este procedimiento.
No obstante, en la práctica se obtienen los mejores resultados
empleando óxidos polietilénicos cuyo grado de polimerización
es relativamente alto. Entre los óxidos polietilénicos, como
entre la mayoría de los otros polímeros, el aumento del grado
de polimerización es acompañado por la subida del punto de
fusión y del punto de solidificación. Al caracterizar los óxidos
polietilénicos, preferimos al uso del punto de solidificación
en lugar del punto de fusión, ya que la determinación del
primero se realiza de modo más fácil y exacto. Son preferibles
aquellos óxidos polietilénicos cuyo punto de solidificación
es al menos de 34°C y se han obtenido resultados excepcionalmente
buenos con óxidos polietilénicos cuyo punto de solidificación
es de 46 - 51°C.

25 Se pueden preparar los óxidos polietilénicos mediante
cualquier método conocido de la especialidad, como por ejemplo,
el tratamiento del óxido etilénico a una temperatura elevada
y durante un periodo adecuado con solución de sosa cáustica.
Preferimos calentar óxido etilénico con solución de sosa cáustica
de 48% bajo agitación, en una vasija cerrada o un autoclave
a una temperatura de 40 - 100°C.

-4 JUN



hasta que la presión baja substancialmente a cero. Cuando más baja la proporción de sosa cáustica de 48% a óxido etilénico, tanto más elevado será el grado de polimerización y tanto más elevado será el punto de solidificación. Al preparar productos cuyo punto de solidificación es superior a 40°C son adecuadas las temperaturas de reacción de 100°C. Al preparar productos de puntos de solidificación por debajo de 40°C, debido a las proporciones mayores de sosa cáustica, la reacción tiende a proceder mucho mas rápidamente y es aconsejable trabajar a temperaturas mas bajas para prevenir la posibilidad de que la reacción se complete en pocos minutos con una violencia semi-explosiva, que daría por resultado un producto impuro. También, en todos los casos es aconsejable mantener una agitación continua para evitar la posibilidad de un sobrecalentamiento local y de una compleción demasiado rápida de la reacción, aunque se mantengan las paredes del autoclave a temperaturas inferiores a 100°C. Estas precauciones son especialmente aplicables al caso en que todo el óxido etilénico esté inicialmente presente en el autoclave. Si, sin embargo, se introduce el óxido etilénico gradualmente en forma gaseosa o mediante adiciones muy pequeñas de líquido a medida que procede la reacción, la tendencia de la reacción a "escapar" se reduce en alto grado y es posible hasta realizarla a temperaturas apreciablemente mas elevadas que las arriba indicadas.

El producto polimerizado así preparado contendrá la cantidad original de álcali que no será objeccionable, si el agente se ha de añadir directamente a la viscosa. Si, sin embargo, se ha de añadir el agente a la pulpa, es aconsejable eliminar la alcalinidad del producto polimerizado.



5 Esto se puede conseguir fácilmente añadiendo ácido sulfúrico de 30 % o ácido clorhídrico concentra- do al producto fundido sacado del autoclave, hasta que se obtiene la neutralidad. El producto polimerizado así
10 preparado también contendrá agua y sal inorgánica, pero en la mayoría de los casos es suficientemente puro para el uso al practicar este procedimiento en cualquiera de sus aspectos. En casos especiales, como por ejemplo, cuan- do se desea claridad extremada del color o cuando se desean
15 caracterizar exactamente los productos mediante sus pun- tos de solidificación, puede ser necesaria una purifica- ción adicional. Cualquier método conocido para la puri- ficación del óxido polietilénico es apto para ello. Con los productos que tengan los puntos de solidificación más
20 elevados, no obstante, consideramos que es un método ade- cuado disolver el producto neutralizado en benzol, elimi- nar el agua por adición de sulfato sódico u otro agente adecuado de secado, descolorar con carbón animal o car- bón activado, si se desea, y eliminar la sal inorgánica
25 de la solución, exenta de agua, por filtración y final- mente eliminar el disolvente por destilación en vacío. Se puede utilizar el mismo método para los productos cuyo punto de solidificación es bajo, pero preferimos substi- tuir el benzol por dioxano o metanol, en los que los pro- ductos son más solubles.

30 A continuación damos una tabla que resume los puntos de solidificación de 5 productos polimerizados preparados como fué descrito antes, empleando cantida- des variadas de sosa caústica de 48 % con 50 gr de óxi- do etilénico. Estos productos se neutralizaron y también se sometieron a la purificación subsiguiente, como está



descrito antes para eliminar la sal inorgánica y el agua a fin de obtener puntos de solidificación exactas.

	<u>Cantidad em- pleada de NaOH de 48% cc</u>	<u>Temperatura de la reac- ción. °C</u>	<u>Tiempo en que la presión ba- ja a 0.</u>	<u>Punto de so- lidificación °C</u>
5	1 1/8	93 - 100	8 horas	51
	2 1/4	95 - 100	5 1/2 horas	49,5
	3 1/2	98 - 100	3 horas	46
	4	96	pocos minutos	34
	5	50	10,5 horas	20

10

Las pulpas de madera, altamente refinadas son ven-
tajosas para la producción de hilos de rayón de alta ca-
lidad, de resistencia y color superiores, pero no obstan-
te, la reacción entre la alcalicelulosa triturada de tales
15 pulpas y el disulfuro de carbono es frecuentemente incom-
pleto. Este empeoramiento de la actividad de xantogenación
de la alcalicelulosa triturada es debido a algún deterio-
ro de las fibras durante la operación de trituración o a
un desmanuzado incompleto o a la formación de haces com-
20 primidos de fibras. En el caso en que el triturador con-
vencional tiene paletas en revolución que accionan junto
con una barra estacionaria, la tendencia a un deterioro
así es especialmente grande, si la apertura entre las pa-
letas y la barra es algo inferior de lo que debería ser
25 correctamente. En un caso extremo, con una pulpa muy fi-
namente refinada, el triturado, hasta bjo las condiciones
óptimas, puede producir una pulpa triturada que es menos
completamente xantogenable que si no se hubiera tritura-
do la alcalicelulosa. En otros casos es posible obtener
30 un triturado razonablemente satisfactorio de pulpas alta-
mente refinadas por el ajuste correcto de la apertura de

-4 JUN



la trituradora y averiguando experimentalmente el tiempo
 óptimo de trituración para la pulpa particular y para la
 trituradora en cuestión. De este modo es posible en algunos
 casos obtener un grado de xantogenación casi tan completo
 5 de una pulpa altamente refinada como si la alcalicelulosa
 triturada hubiese procedido de una pulpa menos pura. Pero
 la necesidad de una supervisión constante y un ajuste exac
 to para asegurar las condiciones óptimas de triturado, ha-
 ce que la trituración de pulpas altamente refinadas es una
 10 operación demasiado sensible para la practica comercial.
 En este procedimiento se ha suprimido esta sensibilidad
 al deterioro durante el triturado de las alcalicelulosas
 procedentes de pulpas altamente refinadas por realizar
 la operación de trituración en presencia de óxido polie-
 15 tilénico que se puede añadir a la pulpa antes de la tritu-
 ración de la alcalicelulosa o antes de la compleción de la
 trituración. Se mejora así la operación de trituración pe-
 ro el mejoramiento mas notable se manifiesta en la filtra-
 ción subsiguiente de la viscosa. El mejoramiento de la tri-
 20 turación produce una alcalicelulosa triturada que reaccio-
 na completamente con el disulfuro de carbono y la viscosa
 resultante es relativamente exenta de fibras sin reaccionar
 y la filtración procede más económica y rapidamente.

Al hilar la viscosa en baños ácidos de hilatura
 25 que contienen ciertas sales metálicas y especialmente una
 sal de cinc existe la tendencia a la formación de incrusta-
 ciones en los orificios de la hilera obstruyendo parcial
 o completamente estos orificios. La obstrucción parcial
 de los orificios causa irregularidades objeccionables en
 30 el grosor de los filamentos y frecuentemente causa rup -
 turas de éstos lo cual requiere la interrupción de la



operación de hilado y el cambio de hileras. La formación de estas incrustaciones se suprime o reduce cuando se realiza la operación de hilado en presencia de óxido polietilénico. Se puede añadir el óxido polietilénico a la viscosa o a los constituyentes que entran en la producción de la viscosa o bien se puede añadir al baño ácido de hilatura. Este aspecto está relacionado particularmente con el mejoramiento de las condiciones de hilado en el proceso de viscosa donde se inyecta normalmente la viscosa a través de hileras u otros orificios en un baño ácido de hilado, pero se debe comprender que el procedimiento no está limitado al proceso de viscosa, sinó que es aplicable a cualquier proceso donde se inyectan soluciones celulósicas a través de toberas u otros orificios a baños acuosos de precipitación, ácidos, alcalinos o neutros, donde hay la tendencia a la formación de incrustaciones en los orificios de inyección.

Cuando se ha empleado óxido polietilénico para el mejoramiento de la trituración, esta droga se halla presente en la viscosa resultante. No obstante, como luego vamos a explicar con mas detalles, la cantidad de óxido polietilénico necesario para asegurar un mejoramiento en la supresión o reducción de la formación de incrustaciones durante el hilado, es ligeramente superior a la cantidad necesaria para asegurar el mejoramiento de la operación de trituración y de filtración, pero no hay ningún inconveniente en realizar la etapa de trituración en la presencia de una cantidad tal de óxido polietilénico que es necesaria para el hilado de la viscosa. En efecto, se alcanzan mejor las ventajas completas de este procedimiento, cuando se añade el óxido polietilénico

-4 JU



co a la alcalicelulosa antes de la compleción del triturado en la cantidad adecuada para asegurar el mejoramiento del hilado de la viscosa.

5 El modo más práctico y económico de asegurarse de la presencia deseada de óxido polietilénico durante el triturado de la alcalicelulosa y durante el hilado de la viscosa es incorporar el óxido polietilénico en la pulpa de madera. Esto se puede realizar ventajosamente añadiendo el óxido polietilénico a la pulpa en la máquina para la formación de placas después de la formación de éstas pero antes del secado completo, rociando la pulpa en placas con una solución acuosa de óxido polietilénico o mediante un rodillo parcialmente sumergido en esta solución. Si se desea, se puede incorporar el óxido polietilénico a la pulpa antes de la formación de placas, como por ejemplo, añadiendo el agente a una suspensión de pulpa en agua en un recipiente. En este caso se debería hacer recircular el agua blanca a fin de evitar pérdidas considerables del agente al eliminar el agua en la formación de placas. En todo caso, se produce una pulpa de madera, producida químicamente que tiene incorporada una cantidad de óxido polietilénico. Cuando se incorpora un agente, de este modo, en la pulpa de madera, al fabricarla, la pulpa llega a la fábrica de rayón en una forma calculada para asegurar las ventajas completas de este procedimiento en la preparación y en la elaboración de la viscosa a hilos de rayón de alta calidad.

20 Todos los óxidos polietilénicos son solubles en las bajas concentraciones de hidróxido sódico, normalmente presentes en la viscosa, por ejemplo, de 5 - 8%. La solubilidad de los óxidos polietilénicos en las concen-



traciones de hidróxido sódico, presentes en la operación de remojar, por ejemplo, de un 18%, disminuye a medida como aumenta el grado de polimerización, y los óxidos polietilénicos cuyo punto de solidificación es aproximadamente de 34°C o más son relativamente insolubles en hidróxido sódico de 18%. Por lo tanto, la presencia de un óxido polietilénico cuyo punto de solidificación es menos de 34°C en la operación de remojado, resulta en la disolución del agente en el baño de remojado que contiene hidróxido sódico, en un grado que varía según la solubilidad del agente en el mismo. Ya que se usa el baño de remojado repetidas veces, se alcanzará pronto un equilibrio y con ello se reduce considerablemente la pérdida de agente durante el remojado y el prensado de las placas. Sin embargo, se obtienen resultados mas uniformes y dignos de confianza, si se emplean agentes substancialmente insolubles en las concentraciones de hidróxido sódico de un 18%. Además los óxidos polietilénicos cuyos puntos de solidificación están por encima de 34°C son mas efectivos para conseguir los mejoramientos estudiados tanto en las etapas de trituración como de hilado que los óxidos polietilénicos cuyos puntos de solidificación son más bajos. De acuerdo con esto, preferimos en la práctica el empleo, especialmente, si se añade el agente antes de la compleción de la trituración, de óxido polietilénico cuyo punto de solidificación sea al menos de 34°C y preferiblemente de 46 a 51°C.

La cantidad de óxido polietilénico empleada es relativamente pequeña, variando desde 0,01 a 0,5 % y preferiblemente de 0,02 a 0,25 en relación al peso seco de la pulpa de madera empleada, cuando se incorpora el agen



te a la pulpa o a la viscosa. Prácticamente no se obtiene ventaja aumentando la cantidad de óxido polietilénico por encima de 0,5 % y en cambio tales adiciones superiores causan ciertas desventajas. Entre estas desventajas está la de causar excesiva blandura de la placa que a su vez causa dificultades mecánicas en la operación de remojado aglomeración excesiva de bolas en la xantogenación y dificultades en la operación de disolución, debidas a la aglomeración excesiva en la etapa de xantogenación y a la formación excesiva de espuma en la solución de viscosa. Tambien se tendrán dificultades considerables en la obtención de una viscosa completamente desairada, lo cual es absolutamente necesario para un hilado satisfactorio. Las concentraciones superiores de óxido polietilénico tambien bajan indebidamente la tensión superficial de la viscosa cambiando así las condiciones de coagulación de tal forma que no es posible hilar satisfactoriamente la viscosa según métodos standard, los filamentos se romperán y el hilo se pegará a las alas de la devanadera y los guia-hilos.

La cantidad de óxido polietilénico necesaria para asegurar el mejoramiento arriba estudiado en la trituración y en la filtración es generalmente ligeramente inferior a la cantidad necesaria para asegurar el mejoramiento arriba estudiado en la supresión o reducción de la formación de incrustaciones durante el hilado. Así, el mejoramiento en la trituración y en el filtrado generalmente se consigue con un 0,02 - 0,05 % de óxido polietilénico y raramente se necesitará más de 0,1%. Para la supresión y reducción de la formación de incrustaciones en la viscosa debería haber presente 0,1 % o algo más de óxido polietilénico. Estos porcentajes están basados en el peso

4 JUN



seco de la pulpa. Cuando se incorpora el óxido polietilénico en el baño de hilatura, la cantidad presente en el baño puede ser ventajosamente de un 0,001 a 0,1% en peso del baño.

5 Nuestra práctica preferida es incorporar el óxido polietilénico en la pulpa de madera que preferiblemente es una pulpa altamente refinada que no contiene más de 0,15% de material extraíble con éter y que normalmente se halla en el comercio en forma de placas, pero se puede asegurar la presencia del agente durante las operaciones de triturado, filtrado e hilado según cualquier otro método adecuado. Además, no hace falta incorporar el agente en cada placa de pulpa, sino que se puede incorporar en placas alternadas o se puede añadir de otro modo solamente a una porción de la pulpa sea cual sea la forma en que es suministrada. Alternativamente, se puede rociar o añadir de un otro modo adecuado el agente a toda la alcalice-lulosa o a una parte de ella antes de la trituración o antes de completar esta trituración. Finalmente también, se puede incorporar el óxido polietilénico en la viscosa o en el baño de hilatura y en tales casos se conseguirá la supresión o la reducción de la formación de incrustaciones, cuando la viscosa está hecha de pulpa de madera o igualmente de otras materias primas celulósicas. Sin embargo, creemos que generalmente será más ventajoso incorporar el óxido polietilénico en el producto inicial de pulpa de madera, tanto por mayor conveniencia y economía en la preparación y elaboración de la viscosa como por la distribución uniforme del agente a través de la pulpa que es fácil de obtener de este modo.

Cuando se aplica este procedimiento para obtener

-4 JUN



los mejoramientos arriba mencionados en la trituración y en el filtrado, se obtienen ciertas ventajas económicas adicionales en las etapas subsiguientes de xantogenación disolución y filtrado. En las soluciones de viscosa hay

5 usualmente cierta cantidad de fibras sin disolver y material gelificado, debido a una reacción incompleta de la celulosa con el disulfuro de carbono durante la xantogenación. Antes de la hilatura, se filtran las soluciones de viscosa varias veces para eliminar este material geli-

10 ficado y las fibras sin disolver. En el caso de que las soluciones de viscosa contengan cantidades excesivas de fibras no disueltas o parcialmente disueltas, la filtración es una operación antieconómica. En tales casos se obstruyen rápidamente los filtros y el medio filtrante se debe cambiar frecuentemente para que la viscosa pase

15 a su través en un tiempo razonable. El cambio frecuente de los medios filtrantes es caro no solamente respecto al consumo de paño filtrante sino también en vista de la cantidad muy considerable de trabajo necesario y del hecho de que siempre se pierde cierta cantidad de viscosa

20 al abrir el filtro. Además, cuando las soluciones de viscosa contienen muy grandes cantidades de material gelificado, la filtración usualmente no es satisfactoria del todo, ya que algunas de las partículas gelificadas tienden a pasar a través de los poros del paño lo cual tiene un efecto muy adverso sobre la operación de hilado. Por

25 ello ha sido usual en la industria de viscosa, cuando se elaboran pulpas que tienden a dar soluciones viscosas con mucho material no disuelto y de propiedades desventajosas para el filtrado, reducir estas dificultades realizando

30 la xantogenación con cantidades muy superiores de disul-

2.22321

4 JUN



furo de carbono de lo que se necesitan normalmente. El em-
pleo de un exceso de disulfuro de carbono es antieconómi-
co y además es técnicamente desventajoso en tanto que
puede afectar de un modo adverso ciertas características
5 de la viscosa, como su maduración, y las características
del hilo. Cuando se elaboran pulpas altamente refinadas
que normalmente darían soluciones de viscosa difíciles
de filtrar, la adición de pequeñas cantidades de óxido
polietilénico mejora la operación de trituración de tal
10 modo que la alcalicelulosa después reacciona mucho más
completamente con el disulfuro de carbono y da una solu-
ción de viscosa muy exenta de partículas de celulosa no
disueltas o parcialmente disueltas y que es fácilmente
filtrada. Este resultado se puede obtener no solamente
15 sin utilizar un exceso de disulfuro de carbono, sino que
en varios casos se pueden obtener soluciones satisfacto-
rias de viscosa empleando cantidades muy inferiores de
disulfuro de carbono de lo necesario normalmente.

20

-----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Mejoras en la fabricación de productos de ce-
lulosa regenerada partiendo de pulpa de madera preparada
25 químicamente, que comprenden la adición antes de comple-
tar la trituración de la alcalicelulosa de un producto
polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde
n es un número entero mayor de 1 y A y B son radicales
seleccionados del grupo que consiste en OH, halógeno, OR
30 y SR, siendo R un grupo alquílico que contiene hasta 7
átomos de carbono.

-4 JUN

222321



2.- Mejoras en la fabricación de productos de celulosa regenerada, partiendo de pulpa de madera preparada químicamente, que comprenden antes de completar la operación de trituración de la alcalicelulosa añadir un compuesto polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde n es un número entero mayor de 1 y A y B son radicales seleccionados del grupo que comprende OH, halógeno OR y SR, siendo R un grupo alquílico que tiene hasta 7 átomos de carbono y el punto de solidificación del compuesto es al menos 34°C.

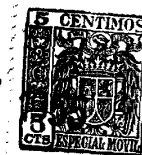
3.- Mejoras en la fabricación de productos de celulosa regenerada partiendo de pulpa de madera preparada químicamente, que comprenden antes de completar la operación de trituración de la alcalicelulosa añadir un compuesto polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde n es un número entero y A y B son radicales seleccionados del grupo que consiste en OH, halógeno, OR o SR siendo R un grupo alquílico de hasta 7 átomos de carbono, siendo el punto de solidificación de dicho compuesto aproximadamente 46 - 51°C.

4.- Mejoras en la fabricación de productos de celulosa regenerada partiendo de pulpa de madera preparada químicamente, que comprenden antes de completar la operación de trituración de la alcalicelulosa añadir un compuesto polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde n es un número entero mayor de 1 y A y B son radicales seleccionados del grupo que comprende OH, halógeno, OR o SR, siendo R un grupo alquílico de hasta 7 átomos de carbono y la cantidad presente del compuesto es de 0,01 - 0,5 % en peso seco de la pulpa.

5.- Mejoras en la fabricación de productos de ce-

-4 JUN

222321



lulosa regenerada partiendo de pulpa de madera prepara-
da químicamente, que comprenden antes de completar la
operación de trituración de la alcalicelulosa añadir un
compuesto polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$,
5 donde n es un número entero mayor de 1 y A y B son radica-
les seleccionados del grupo que comprende OH, halógeno,
OR o SR, siendo R un grupo alquílico de hasta 7 átomos
de carbono y el punto de solidificación de dicho compuesto
es al menos 34°C y la cantidad del compuesto presente es
10 de 0,01 - 0,5 % en peso seco de la pulpa.

6.- Mejoras en la fabricación de productos de ce-
lulosa regenerada partiendo de pulpa de madera preparada
químicamente que contiene máximo 0,15 % de material extrai-
ble con éter; que comprenden antes de completar la operación
15 de trituración de la alcalicelulosa añadir un compuesto
polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde n
es un número entero mayor de 1 y A y B son radicales se-
leccionados del grupo que comprende OH, halógeno, OR o SR,
siendo R un grupo alquílico de hasta 7 átomos de carbono y
20 el punto de solidificación de dicho compuesto es al menos
34°C y la cantidad del compuesto presente es de 0,01 - 0,5
% en peso seco de la pulpa.

7.- Mejoras en la fabricación de productos de ce-
lulosa regenerada partiendo de pulpa de madera preparada
25 químicamente que contiene máximo 0,15 % de material extrai-
ble con éter, que comprenden antes de completar la opera-
ción de trituración de la alcalicelulosa añadir un com-
puesto polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$,
donde n es un número entero mayor de 1 y A y B son radica-
30 les seleccionados del grupo que comprende OH, halógeno,
OR o SR, siendo R un grupo alquílico de hasta 7 átomos de

222321

-4 JUN



carbono y el punto de solidificación de dicho compuesto es de 46 - 51°C y la cantidad del compuesto presente es de 0,01 - 0,5% en peso seco de la pulpa.

5 8.- Mejoras en la fabricación de productos de celulosa regenerada, partiendo de pulpa de madera preparada químicamente, que comprenden la incorporación en la pulpa de madera de un compuesto polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde n es un número entero mayor de 1 y A y B son radicales seleccionados del grupo que comprende OH, halógeno, OR o SR, siendo R un grupo alquílico
10 de hasta 7 átomos de carbono.

9.- Mejoras en la fabricación de productos de celulosa regenerada partiendo de pulpa de madera preparada químicamente, que comprenden la realización de las etapas de trituración y filtración en presencia de un compuesto
15 polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde n es un número mayor de 1 y donde A y B son radicales seleccionados del grupo que comprende OH, halógeno, OR o SR, siendo R un grupo alquílico de hasta 7 átomos de carbono
20 y el punto de solidificación de dicho compuesto al menos 34°C.

10.- Mejoras en la fabricación de productos de celulosa regenerada, partiendo de pulpa de madera, químicamente preparada que comprenden la realización de las
25 etapas de trituración, filtración e hilado en presencia de un compuesto polimerizado cuya fórmula es $A(C_2H_4O)_{n-1}CH_2CH_2B$, donde n es un número entero mayor de 1 y A y B son radicales seleccionados del grupo que comprende OH, halógeno, OR o SR, siendo R un grupo alquílico de hasta 7 átomos de carbono y el punto de solidificación de dicho compuesto es al menos 34°C y la cantidad del compuesto presen-
30

- 22 - 292321

-4 JUN



sente en cada etapa es de 0,01 - 0,5 % en peso seco de la pulpa empleada para la preparación de la viscosa.

11.- Mejoras en la fabricación de productos de celulosa regenerada, partiendo de pulpa de madera.

5 Esta memoria consta de veintidós páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, -4 JUN 1955

P. A.

JOSE M. ELLIBAR
E. I. I.

