

XL.

403338 0.1218

403338



Int. Cl.:	C-08 B.
	C07 C / C08 B

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

a favor de

Mo och Domsjö AB, de nacionalidad sueca, domiciliada en
Örnsköldsvik (Suecia);

por:

"Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada,
según el procedimiento de la viscosa".

====:oOo:=====

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



La presente invención se refiere a unos perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada, según el procedimiento de la viscosa, mediante los cuales se obtiene una mayor resistencia de la viscosa y se facilita su hilatura y filtración, por la intervención de nuevos amino-

5 metilfenoles alcoxilados.

Es muy corriente, que como una etapa de la elaboración de fibra y de película de celulosa regenerada según el procedimiento de la viscosa, durante la hilatura de la viscosa se produzca un alargamiento de la celulosa parcialmente regenerada, a fin de obtener un producto de mayor orientación molecular y mejores características mecánicas.

10 Para que este alargamiento alcance un efecto óptimo, es costumbre añadir a la viscosa y/o al baño de hilatura un modificador que retarda el proceso de regeneración, con lo que aumenta el grado de alargamiento y mejora las características mecánicas del producto final. Entre los modificadores actualmente preferibles pueden mencionarse, por

15 un lado, polietilenglicol, y por otro, fenol etoxilado.

20 Cuando se produce viscosa, importa además añadir en un punto adecuado del proceso un aditivo, con la finalidad principal de aumentar la filtrabilidad de la viscosa y su hilabilidad. El aumento de filtrabilidad se consigue por la capacidad del aditivo para reducir la formación de partículas de gel en la viscosa; y el aumento de hilabilidad se consigue por la dispersión de las resinas que acompañan en mayor o menor cantidad a la celulosa. Otro efecto de ciertos aditivos particularmente útiles de ese tipo es la

25 obtención de una fibra menos opaca y más brillante, por



ser menor el número de oclusiones de gas y de resina en la fibra o la película.

Los modificadores ya mencionados, polietilenglicol y fenol etoxilado, no producen efecto o solo parcialmente en ese último sentido. Así, el efecto del polietilenglicol no es apreciable como agente dispersante de la resina ni como agente para mejorar la filtrabilidad; y el fenol etoxilado no tiene capacidad para dispersar la resina, pero se ha empleado como agente para mejorar la filtrabilidad.

Asimismo se ha propuesto emplear productos etoxilados de la reacción de Mannich del tipo descrito en la patente estadounidense nº 3.558.336. Estos productos, empleados como modificadores, mejoran mucho la resistencia de la celulosa regenerada; pero sus propiedades como aditivos son menos satisfactorias. Así, aumentan ligeramente o nada la hilabilidad y la filtrabilidad de la viscosa. Al mismo tiempo, como conviene obtener modificadores superiores a los ya utilizados, es grande la necesidad de poder emplear los modificadores también como aditivos a la viscosa, pues así valdrían para desempeñar dos funciones.

Productos similares a los mencionados en la citada patente estadounidense nº 3.558.336 se describen también en la patente sueca nº 311.527 y en la patente británica nº 1.002.272. Los compuestos reseñados en dichas patentes se emplean para producir poliuretanos alveolares, y está demostrado que influyen positivamente sobre la incombustibilidad y la estabilidad dimensional de la espuma. En cambio, no sirven como modificadores o aditivos en la obtención de celulosa regenerada, pues son difícilmente solubles



o insolubles en la viscosa.

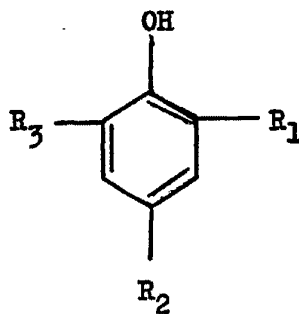
Se han encontrado nuevos aminometilfenoles alcoxilados los cuales inesperadamente se ha comprobado conforme a la invención que satisfacen requisitos muy exigentes tanto en concepto de modificadores como en el de aditivos. Los nuevos compuestos se obtienen mediante una reacción de Mannich entre un compuesto fenólico, formaldehído y un compuesto amino o amoniaco, seguida de adición de óxido de etileno y posiblemente otra adición final de óxido de propileno. El compuesto fenólico, el formaldehído y el compuesto nitrogenado se hacen reaccionar en una primera fase a una temperatura menor de 100°C, y se forma un producto de reacción que contiene aminometilfenol. La relación molar entre los reactivos es aproximadamente 1 mol del compuesto fenólico, 1-2 moles del formaldehído y 1-2,5 moles del compuesto nitrogenado. En lugar de formaldehído, se puede emplear paraformaldehído, pues éste se descompone con facilidad y da formaldehído, el empleo del paraformaldehído tiene la ventaja además de ser limitada la proporción de agua en la mezcla de reacción. De la mezcla de reacción obtenida según la reacción de Mannich, el agua producida se puede eliminar por destilación antes de etoxilar el compuesto de aminometilfenol con un número adecuado de moles de óxido de etileno, es decir, con 10 a 70 moles por unidad de fenol, a una temperatura de 50° a 200°C y 1 a 10 atmósferas de presión. Es posible etoxilar, si se quiere, en dos o más fases, con una destilación intermedia del agua contenida en la mezcla de reacción. Después de etoxilar, puede añadirse si se desea, 1 a 7 moles de óxido de propileno por



unidad de fenol, esencialmente en condiciones iguales a las de etoxilación. Se ha comprobado que los productos propoxilados en una fase final reducen la espuma en la solución de viscosa.

5 Los compuestos fenólicos empleados como producto de partida en la elaboración de los compuestos aminometilfenol etoxilados según la invención tiene la fórmula general siguiente:

10



15

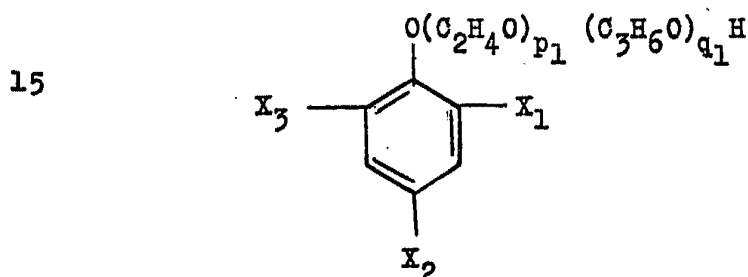
donde uno cualquiera de los sustituyentes R_1 , R_2 y R_3 designa un grupo alquilo con 5-12 átomos de carbono, y los otros dos son hidrógeno, o bien dos de los sustituyentes, independientemente entre sí, designan un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, y el otro sustituyente restante es hidrógeno. Como ejemplos de fenoles apropiados, cabe citar el orto o paranitrofenol, orto o paraoctilfenol o xilenol.

25 Como reactivo nitrogenado sirven varios compuestos que, después de la reacción de Mannich, conservan todavía por lo menos un átomo de hidrógeno activo capaz de seguir reaccionando con óxido de etileno. Con preferencia se emplean alcanolaminas secundarias que contienen uno o más grupos hidroxilo o amoniaco, pero también son útiles las

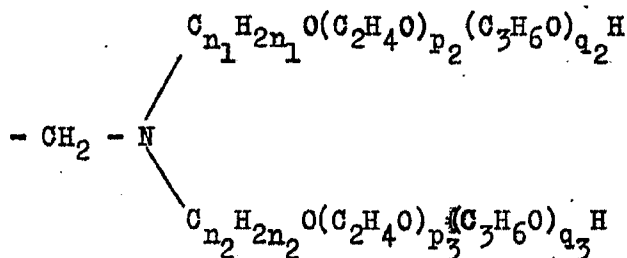


alquilalcoanolaminas, alcoanolaminas primarias y N-aminoalquilalcoanolaminas. El número de átomos de carbono en las cadenas de alquilo y alcohol es de 1 a 4, y mejor de 2 ó 3. Ejemplos de aminas adecuadas de acuerdo con la invención son la dietanolamina, dipropanolamina, N-metiletanolamina, N-aminoetiletanolamina, N-metiletilediamina y monoetanolamina.

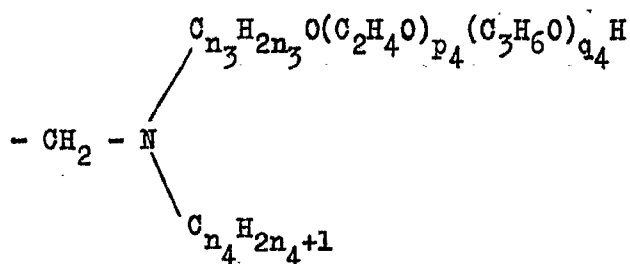
La reacción entre el fenol, el formaldehído y el compuesto nitrogenado, y la alcoxilación subsiguiente, dan productos complicados, cuya composición exacta aún no se conoce bien. De todos modos, gran parte de los compuestos obtenidos serán probablemente de la fórmula general que sigue:



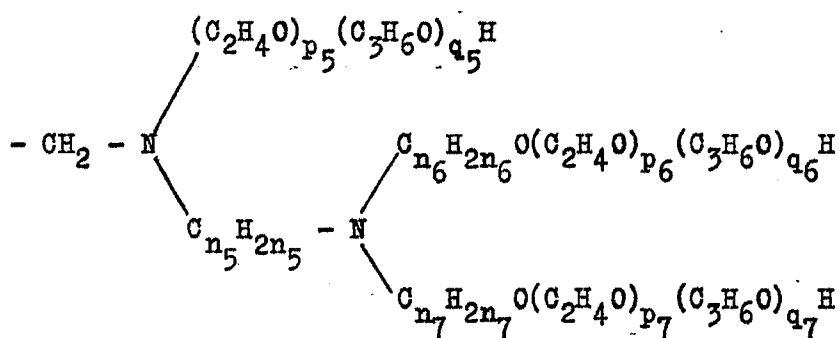
20 donde uno cualquiera de los sustituyentes X_1 , X_2 y X_3 es un grupo alquilo con 5-12 átomos de carbono, o bien dos de ellos son, independientemente entre sí, un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, y los demás designan por separado un grupo de la fórmula



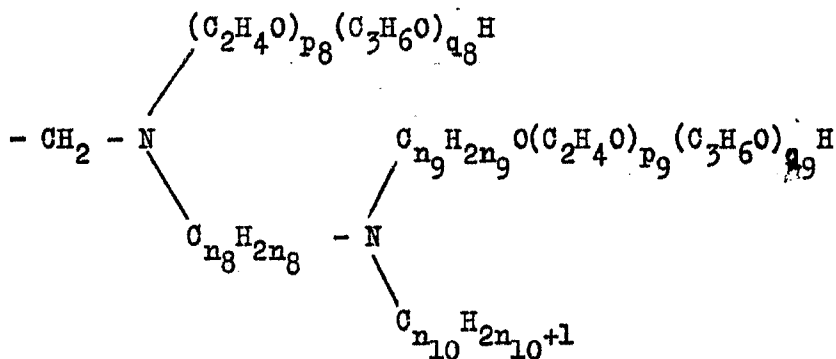
5



10



15



20

25

donde $p_1, p_2, p_3, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8$ y p_9 , independientemente unos de otros, son un entero de 1 a 30, elegidos de modo que el número total de grupos $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ en la fórmula general

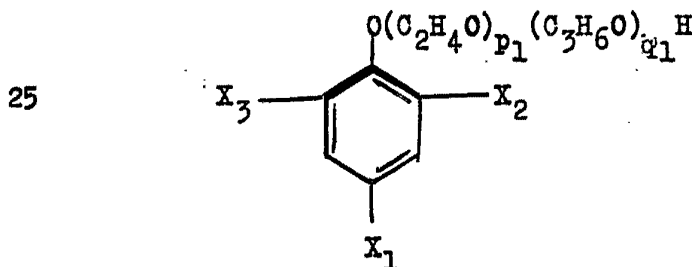


sea de 10 a 70, y preferiblemente de 20 a 50; $q_1, q_2, q_3, q_4, q_5, q_6, q_7, q_8, q_9$, independientemente entre sí, son un entero de 0 a 2, y se eligen de manera que el número total de grupos C_3H_6O en la fórmula general sea de 0 a 7;

5 y $n_1, n_2, n_3, n_4, n_5, n_6, n_7, n_8, n_9$ y n_{10} , independientemente entre sí, designan un entero de 1 a 4.

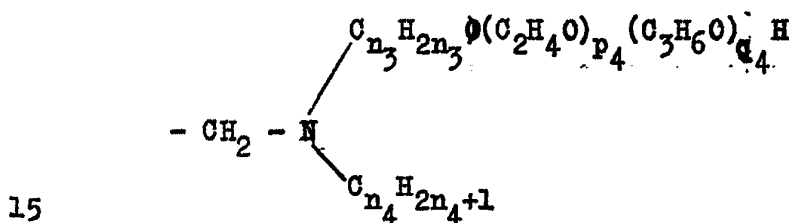
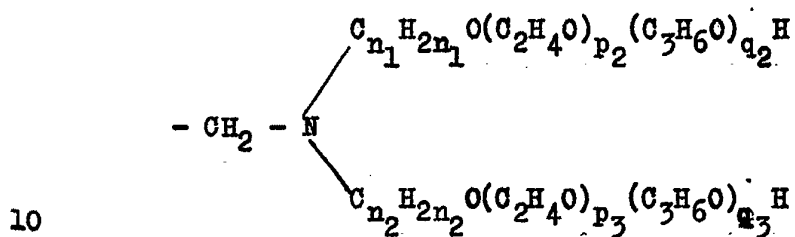
En adelante, esta fórmula se empleará por ello para ilustrar los nuevos compuestos. Investigaciones minuciosas han revelado que los nuevos compuestos superan a los modifi-
 10 ficadores que se citan en la citada de EE.UU. nº 3.558.336. Igualmente se ha visto que los nuevos compuestos satisfacen los requisitos propios de un aditivo para viscosa. En efecto, dispersan bien la resina en la viscosa, y reducen el contenido de partículas de gel de la viscosa. La mejor
 15 dispersión de resina da una viscosa mas clara, y son menos las incrustaciones en los conductos de las hileras, con lo que mejora la hilabilidad. La disminución del contenido en partículas de gel facilita la filtración y la hilatura, e influye además ventajosamente en las características me-
 20 cánicas del producto final.

Entre los nuevos compuestos ya mencionados, que han mostrado características especialmente buenas, deben mencionarse los de la fórmula general





5 donde uno de los substituyentes X_1 , X_2 ó X_3 designa un grupo alquilo con 5 a 12 átomos de carbono, con preferencia en posición para con respecto al grupo hidroxilo fenólico, y los otros dos, restantes, con independencia entre sí, designan un grupo de la fórmula



20 donde p_1 , p_2 , p_3 y p_4 , con independencia entre sí, son un entero de 2-25, y se eligen de modo que el número total de grupos $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ en la fórmula general sea de 20-50; q_1 , q_2 , q_3 y q_4 , con independencia unos de otros, son un entero de 0 a 2 y se elijen de modo que el número total de grupos $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ en la fórmula general sea de 0 a 7; y n_1 , n_2 , n_3 y n_4 son independientemente entre sí un entero de 1 a 3.

25 Se prefieren especialmente compuestos de la fórmula general



Al emplear productos de Mannich como aditivos de la viscosa, se pueden añadir a la celulosa durante la mercerización, a la alcalicelulosa o a la viscosa. No obstante, para facilitar la filtración es necesario poner el aditivo
5 antes de que termine la mantogenación. Cuando se emplean los citados productos de Mannich de acuerdo con la invención, la dosis deberá ser de 0,01-0,5%, y preferiblemente de 0,05 a 0,3%, calculada sobre la celulosa.

Ilustrarán la invención los siguientes ejemplos:

10 EJEMPLO 1º

Se mezclaron en un matraz cargas de 220 g. de p-nonilfenol (1 mol) y 210 g. de dietanolamina (2 moles). Luego se añadieron gota a gota, agitando, 175 g. de una solución de formaldehído al 35% (2 moles). La temperatura
15 de reacción se mantuvo a 30°C durante una hora, y se elevó después a 90°C por espacio de seis horas más. Seguidamente, se destiló a 90°C y 20 mm de Hg el agua producida. El producto obtenido viscoso, levemente amarillo, se analizó respecto al nitrógeno básico terciario, para deter-
20 minar el porcentaje de conversión. El contenido en nitrógeno terciario era de 3,3 mmoles/g. lo que corresponde a un rendimiento del 75%. Al producto de reacción se añadieron 30 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol, en una autoclave provista de termóstato y agitador rápido,
25 y también de medios para inyectar gas a presión elevada. La adición se efectuó a 100°C de temperatura y 3 kp/cm² de presión. El producto obtenido, en su mayor parte 2,6-bis-(dietanolaminometil)-4-nonilfenol etoxilado, tenía el aspecto de un líquido poco viscoso.

EJEMPLO 2º

En las mismas condiciones de reacción del ejemplo 1º, se hicieron reaccionar en una primera fase 1 mol de p-nonilfenol con 2 moles de formaldehído y 2 moles de di-
5 propanolamina, y se eliminó el agua producida. Al producto de reacción, amarillo pálido y muy viscoso, se añadieron 35 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol añadido, en condiciones iguales a las del ejemplo 1º. El producto
10 final obtenido, en su mayor parte 2,6-bis-(dipropanilaminometil)-4-nonilfenol etoxilado, tenía la forma de un líquido levemente amarillo poco viscoso.

EJEMPLO 3º

En las mismas condiciones de reacción del ejemplo 1º, se hicieron reaccionar en una primera fase 1 mol de
15 o,p-xilenol, 1 mol de formaldehído y 1 mol de dietanolamina, y se destiló el agua producida. En el producto obtenido, muy viscosos, se determinó el contenido en nitrógeno terciario, que era de 2,7 mmoles/g, correspondiente a un rendimiento de 64%. Luego se agregaron al producto obtenido
20 20 moles de óxido de etileno por mol de xilenol, en las mismas condiciones del ejemplo 1º. El producto final, que contenía 2-(dietanolaminometil)-4,6-dimetilfenol etoxilado, tenía el aspecto de un líquido amarillo pálido poco viscoso.

EJEMPLO 4º

En las mismas condiciones de reacción del ejemplo 1º, se hicieron reaccionar en una primera fase 1 mol de
p-nonilfenol, 2 moles de formaldehído y 2 moles de N-amino-
c25 etiletanolamina, y se retiró luego el agua producida. Al

403338



producto obtenido, amarillo pardusco y muy viscoso, se añadieron 20 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol, en las condiciones del ejemplo 1^a. El producto final, que contenía 2,6-bis-(etanolaminoetilaminometil)-4-nonilfenol etoxilado, tenía la forma de un líquido amarillo pardusco poco viscoso.

EJEMPLO 5^a

En las mismas condiciones de reacción del ejemplo 1^a, se hicieron reaccionar en una primera fase 1 mol de p-nonilfenol, 2 moles de formaldehído y 2 moles de monoetanolamina, y se eliminó el agua producida. Al producto obtenido amarillo pálido, muy viscoso, se agregaron luego 40 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol, en las condiciones del ejemplo 1^a. El producto final, que contenía 2,6-bis-(etanolaminometil)-4-nonilfenol etoxilado, tenía el aspecto de un líquido amarillo pálido poco viscoso.

EJEMPLO 6^a

En las mismas condiciones de reacción del ejemplo 1^a, se hicieron reaccionar en una primera fase 1 mol de p-nonilfenol, 2 moles de formaldehído y 2 moles de amoniaco. Al producto, muy viscoso, se añadieron luego 5 moles de óxido de etileno, en las condiciones del ejemplo 1^a, y se retiró por destilación el agua producida; terminada la destilación, se añadieron otros 30 moles de óxido de etileno. El producto amarillo pálido, poco viscoso, así obtenido era el 2,6-bis-(aminometil)-4-nonilfenol etoxilado.

EJEMPLO 7^a

En las mismas condiciones de reacción del ejemplo



1^a, se hizo reaccionar 1 mol de p-nonilfenol con 2 moles de dietanolamina y 2 moles de formaldehído, y se eliminó el agua producida. Al producto de reacción se agregaron primero, como en el ejemplo 1^a, 30 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol, se elevó después la temperatura a 130^oC, y se agregaron 5 moles de óxido de propileno por mol de nonilfenol, a 3,5 kp/cm² de presión. El producto obtenido era en su mayor parte 2,6-bis-(dietanolaminometil)-4-nonilfenol etoxilado y propoxilado.

10 EJEMPLO 8^a

Partiendo de una pulpa de sulfato prehidrolizado, se obtuvo celulosa alcalina por mercerización laminar del modo usual. Se xantogenó la celulosa alcalina con disulfuro de carbono al 39% durante 150 min. a 27^oC, y el xantogenato de celulosa así obtenido se disolvió en hidróxido de sodio, lo cual dió una viscosa con 6,7% de celulosa y 5,9% de NaOH. Al licor disolvente se agregó 3% de un modificador como el que se define después, calculado sobre el contenido de celulosa en la viscosa. Se filtró la viscosa, y se remaduró hasta un punto de la sal de 7,9 (gamma = 46) y una viscosidad de 60 SKF (ver Kurt Götze, Chemiefasern, 3^a ed., Springer, Berlin/heidelberg 1967, 43 h, pag. 1181); se precalentó a 45^oC, y se hiló a través de una hilera de 1500 agujeros de 40 μ m de diámetro, en un baño de hilatura compuesto de 73 g de H₂SO₄ litro, 72 g de ZnSO₄ litro y 140 g de NaSO₄ litro, a 55^oC de temperatura. El filamento que salía de la hilera se hizo pasar al baño de hilatura por un tubo de 500 mm. de longitud y 12 mm. de diámetro. La longitud del baño de hilatura era de 730 mm. Después



del baño, el filamento se alargó 100% en un baño de estiraje con 30 g. de H_2SO_4 litro, y a 95°C de temperatura; pasado este baño, se hiló a una velocidad de 45 m/minuto. El filamento se sometió luego a ulterior manipulación, se secó y torció como de costumbre, para obtener una seda de 5 1670 denier y un cordón con un torcido de S/Z 472/472 vueltas/m de 3800 denier. Como modificador se empleó un modificador A de acuerdo con la citada patente número 3.558.336; mientras los modificadores B-E son ejemplos de la invención. 10

A. Producto de reacción de 1 mol de cresol, 2 moles de formaldehído y 2 moles de dietanolamina, con adición de 20 moles de óxido de etileno.

15 B. Producto de reacción de 1 mol de nonilfeno, 2 moles de formaldehído y 2 moles de dietanolamina, con adición de 30 moles de óxido de etileno (ver ejemplo 1º).

C. Producto de reacción de 1 mol de nonilfenol, 2 moles de formaldehído y 2 moles de dipropanolamina, con adición de 35 moles de óxido de etileno (ver ejemplo 2º).

20 D/ Producto de reacción de 1 mol de o,p-xilenol, 1 mol de formaldehído y 1 mol de dietanolamina, con adición de 20 moles de óxido de etileno (ver ejemplo 3º).

E. Producto de reacción de 1 mol de p-nonilfenol, 2 moles de formaldehído y 2 moles de dietanolamina, con 25 adición de 30 moles de óxido de etileno, y luego de 5 moles de óxido de propileno (ver ejemplo 7º).

En seda y cordón de rayón elaborados con los modificadores citados y este método de hilatura, se determinó la resistencia después de sercar el hilo durante tres horas



18 MAYO 1972

a 105-110°C; los resultados se exponen en la tabla 1.

TABLA 1

<u>Modificador</u>	<u>Resistencia - Seda 1670 denier pond/denier</u>	<u>Cordón 3800 de- nier kilopond</u>
5 A	6,10	17,05
B	6,49	17,60
C	6,28	17,42
D	6,40	17,36
E	6,45	17,50

10

De los resultados se desprende que el empleo de los modificadores según la invención (B-E), comparado con el del modificador A de la citada patente estadounidense, constituye una positiva mejora de la resistencia, tanto de la seda como del cordón.

15

En las muestras de cordón, la resistencia a la fatiga se determinó por los métodos Firestone y Vibrator, en iguales condiciones exteriores que la prueba de resistencia. Los resultados se indican en unidades relativas, respecto a la resistencia a la fatiga de cordones producidos con el modificador A = 100 (el valor más alto, la mayor resistencia a la fatiga).

20

TABLA 2

	<u>Prueba Firestone</u>	<u>Prueba Vibrator</u>
25 A.	100	100
B.	120	114
C.	121	106
D.	108	103
E.	115	112

403338

- 17 -



Es decir, que la resistencia a la fatiga aumenta es decir, queda mejorada asimismo empleando los modificadores de acuerdo con la invención. En ciertos casos, este aumento alcanza 20% o más sobre el obtenido con modificador A, lo cual significa un resultado muy bueno. En los ensayos con el modificador E, además, al desairear la viscosa, se observó menos espuma y un tiempo de desaireación más reducido en comparación con el modificador B, que desde el punto de vista molecular se parece mucho al E.

10 EJEMPLO 9º

A una viscosa obtenida partiendo de una pulpa de sulfito con 0,53% de extracto (soluble en diclorometano + soluble en etanol), con 7,0% de celulosa y 5,8% de NaOH, se añadieron 0,2 g por litro de viscosa de los compuestos A-G precitados. La proporción relativamente elevada de extracto enturbia la viscosa inicial, con riesgo de atascos en la hilera si no se agrega un aditivo. Después de añadir los compuestos A-G, donde A-E corresponde a los modificadores del ejemplo 8º, y F-G consisten en los compuestos de los ejemplos 4º y 5º, respectivamente, se midió la transmisión de luz en un colorímetro Lumetron modelo 402-E, y los resultados obtenidos se exponen en la tabla 3.



TABLA 3

Aditivo para viscosa	Transmisión de luz (%)		
	4 horas después de la adición	24 horas después de la adición	
5	A.	32	22
	B.	80	76
	C.	68	65
	D.	29	27
	E.	80	71
	F.	54	63
10	G.	71	68
	Ninguno	5	11

Los resultados muestran que es mucho mayor la transmisión de luz si se emplean los productos del invento.

15 EJEMPLO 10

Se preparó celulosa alcalina añadiendo a una pulpa de sulfito solución de hidróxido de sodio al 19%, como de costumbre. Después de prensar, moler y premadurar la celulosa alcalina, se xantogenó con disulfuro de carbono al 36%, calculado sobre la celulosa. El xantogenato de celulosa se disolvió en una solución de hidróxido de sodio que tenía un aditivo B (producido según el ejemplo 1^o), lo cual dió una viscosa compuesta de 7,4% de celulosa, 0,3% de aditivo de viscosa (calculado sobre la celulosa) y 6,1% de hidróxido de sodio. La viscosa se filtró y se remaduró hasta un punto de sal de 5,8, y se hicieron ensayos de hilatura en una máquina de hilatura Maurer de laboratorio. La composición del baño de hilatura era de 140 g de ácido sulfúrico, 240 g de sulfato de sodio y 18 g de sulfato de



18 MAYO 1972

cinc por litro, y su temperatura, de 60°C. Del modo descrito se obtuvo seda de 300 denier con 40 filamentos simples. Conforme a un método desarrollado por H. Jonson y S.O. Regestad (Svensk Papperstidning 67, 1964/24,990), se determinó el grado de opacidad en muestras de seda producidas de este modo. Los resultados se exponen en la tabla 4.

TABLA 4

	<u>Aditivo para viscosa</u>	<u>Grado de opacidad</u> (1)
10	B.	6,9
	Ninguno	12,2

(1) Reflectancia en %, medida con el reflectómetro Elrepho (a menor reflectancia, menos opacidad).

Los resultados muestran que la adición de un aditivo de viscosa según la invención disminuye mucho el grado de opacidad.

EJEMPLO 11

Con una solución acuosa que contenía 200 g/litro de los modificadores A, B, F o G, se rociaron láminas de pulpa de sulfato prehidrolizado, hasta obtener una capa de 1 g de aditivo por kilogramo de pulpa. Las láminas se ajustaron a 25°C de temperatura y 65% de humedad relativa durante un día y su noche, se mercerizaron en una solución de NaOH al 10% y se xantogenaron con 28% de CS₂, lo cual dió una viscosa con 9,2% de celulosa y 7,5% de NaOH. La filtrabilidad de la viscosa así obtenida se determinó según se describe en Zellheming-Merkblatt III/6a/68. La superficie del filtro era de 4 cm², y como filtro se utili-



z6 el Grycksbo número 702 para viscosa; la presión aplicada fue de 2 kp/cm². Como medida de la filtrabilidad se indica

$$F_{HK} = (2 - \sqrt{2}) \cdot (k/50)^{0,4} \cdot F_W$$

5

donde k es la viscosidad con bola descendente, y F_W se halla de acuerdo con la ley normal de Hermans@Bredee (ver Svensk Papperstidning 58/1955,p67). Cuanto más alto es F_{HK}, mejor es la filtrabilidad. He aquí los resultados

10

obtenidos:

	<u>Aditivo</u>	<u>F_{HK}</u>
	A.	958
	B.	1210
	D.	1123
15	G.	1048
	Ninguno	668

De los resultados se deduce que la capacidad de filtración de la viscosa mejora añadiendo los compuestos de la invención. Aun comparando con la adición de un producto de acuerdo con la citada patente estadounidense, se consigue una gran mejora de la filtrabilidad.

20

N O T A

25

Se reivindica como objeto de esta patente de invención:

- 1.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada, según el procedimiento de la viscosa, caracterizados por hacer intervenir en una fase arbitraria



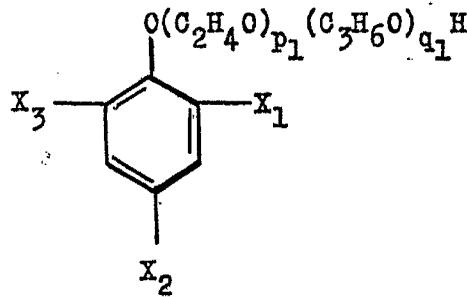
403338

- 21 -



del proceso un aminometilfenol de fórmula general

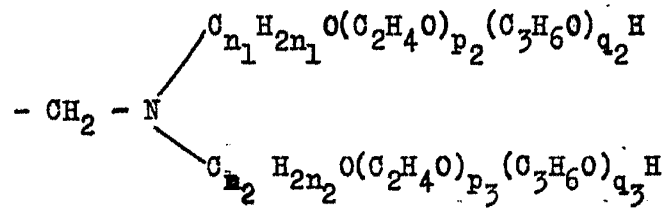
5



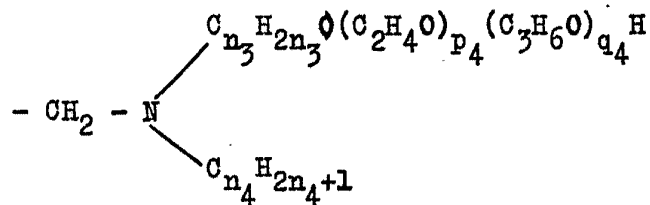
10 donde uno de los substituyentes X_1 , X_2 y X_3 es un grupo alquilo con 5 a 10 átomos de carbono, o bien dos de los substituyentes X_1 , X_2 y X_3 independientemente unos de otros son un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, designando los restantes substituyentes independientemente unos de otros un grupo de una de las fórmulas

15

20

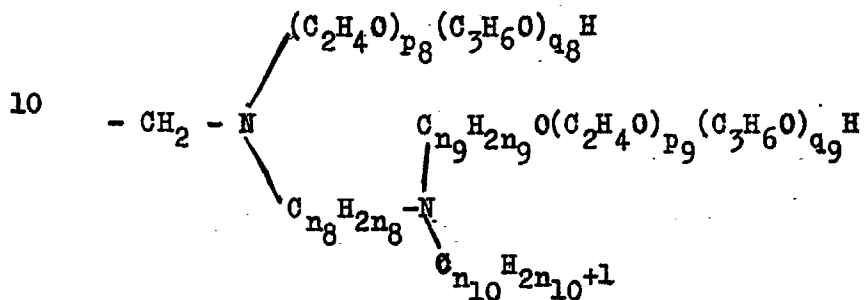
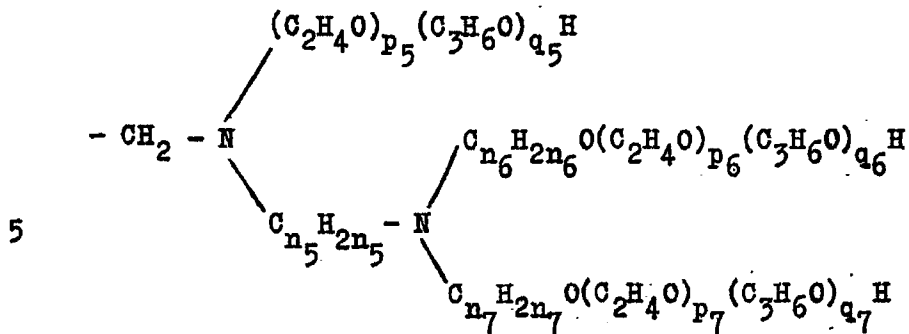


25



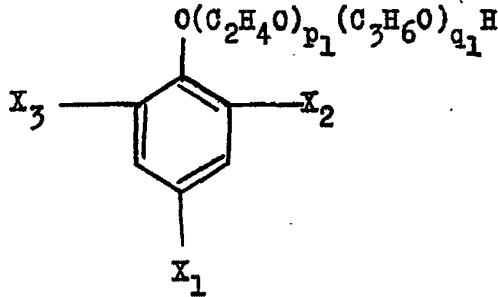


18 MAR 1972

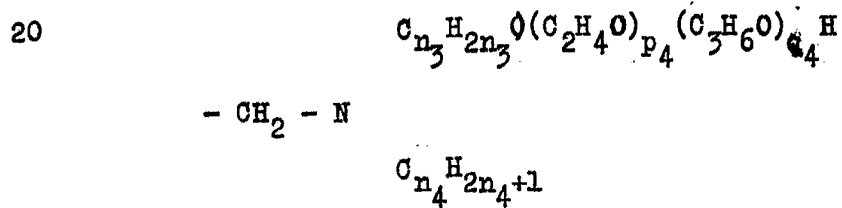
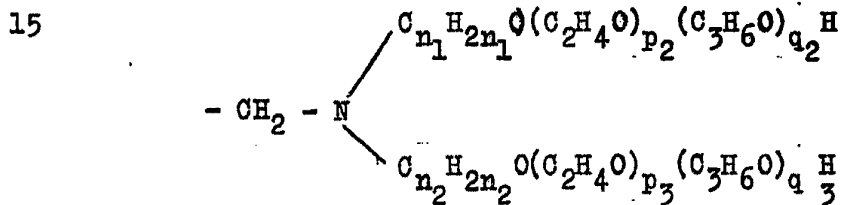


15 donde $p_1, p_2, p_3, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8$ y p_9 , independiente-
 mente unos de otros son números enteros de 1 a 30 y elegi-
 dos de tal manera que el número total de grupos $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ en
 la fórmula general sea de 10 a 70, y preferiblemente de
 20 a 50; $q_1, q_2, q_3, q_4, q_5, q_6, q_7, q_8$ y q_9 independiente-
 20 mente uno de otro son números enteros de 0 a 2, y elegidos
 de tal manera que el número total de grupos $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ en la
 fórmula general sea de 0 a 7; y $n_1, n_2, n_3, n_4, n_5, n_6,$
 n_7, n_8, n_9 y n_{10} independientemente unos de otros designan
 números enteros de 1 a 4.

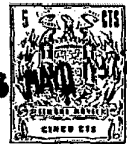
25 2.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa
 regenerada según la reivindicación 1, caracterizados porque
 el aminometilfenol alcoxlado tiene la fórmula general



10 donde uno de los substituyentes X_1 , X_2 ó X_3 designa un grupo alquilo con 5 a 12 átomos de carbono y esta preferiblemente situado en posición para con respecto al grupo hidróxilo genólico, y los dos substituyentes restantes, independientemente unos de otros designan un grupo de una de las fórmulas

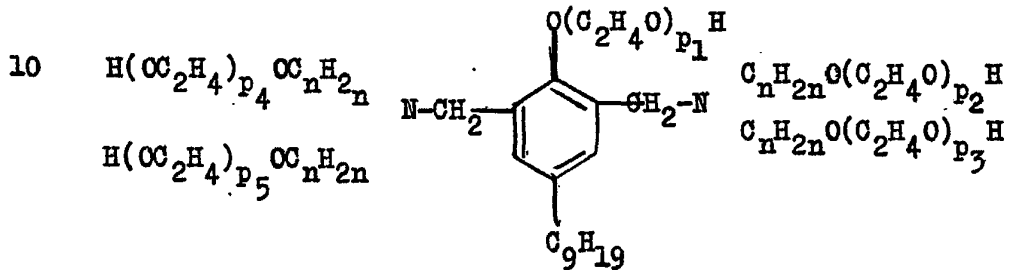


25 donde p_1 , p_2 , p_3 y p_4 , independientemente unos de otros son números enteros de 2 a 25 y elegidos de tal manera que el número total de grupos C_2H_4O en la fórmula general sea de 20 a 50; q_1 , q_2 , q_3 y q_4 independientemente unos de



otros son números enteros de 0 a 2 y elegidos de tal manera que el número total de grupos C_3H_6O en la fórmula general sea de 0 a 7; y n_1, n_2, n_3 y n_4 independientemente unos de otros, son números enteros de 1 a 3.

5 3.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizados porque el aminometilfenol alcoxilado tiene la fórmula general



15 donde p_1, p_2, p_3, p_4 y p_5 , independientemente unos de otros, son números enteros de 2 a 20 y elegidos de tal manera que el número total de grupos C_2H_4O en la fórmula general sea de 20 a 40; y n es 2 ó 3.

20 4.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada según las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque el aminometilfenol se incorpora en una proporción de 0,01 a 5%, y preferiblemente de 0,05 a 3% en peso, referido a la celulosa.

25 5.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada según las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque el aminometilfenol se incorpora como aditivo de la viscosa a la celulosa, durante la mercerización, a la alcalicelulosa o a la viscosa en una proporción de 0,01 a 0,5%, y preferiblemente de 0,05 a 0,3 % en



peso, referido a la celulosa.

5 6.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada según las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque el aminometilfenol se incorpora como un modificador a la disolución del xantogenato de celulosa o a la viscosa en una proporción de 0,4 a 5,0 %, y preferiblemente de 0,6 a 3,0 % en peso, referido a la celulosa.

10 7.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizados porque el aminometilfenol se incorpora al baño de hilatura del procedimiento, de manera que el contenido de modificador en el baño de hilatura sea de 5 a 2000 ppm.

8.- Perfeccionamientos en la producción de celulosa regenerada, según el procedimiento de la viscosa.

15 Esta memoria consta de veinte y cinco páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, 18 MAYO 1972

P. M.

