

S/Ref.: AR196hk

N/Ref.: O.G. 29.698/AV

434651

A3 434651 770216 DOLF 21/00

ins. no:	DOLF3/10

PATENTE DE INTRODUCCION

19 JUL. 1976

CONCEDIDA

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE VISCOSA".

-----

Solicitante: La Corporación Finlandesa: OY KESKUSLABORATORIO-  
CENTRALLABORATORIUM AB, con domicilio en Juolukka  
tie 2 - TAPIOLA (Finlandia).

-----

**POOR  
QUALITY**

La invención se refiere a un procedimiento para la manufactura de viscosa a partir de una materia prima que contiene celulosa. Es sabido bien que la preparación de la solución para hilar o eolar (viscosas] en la manufactura de fibras o películas de viscosa se efectúan convencionalmente de la manera siguiente:

5.

1.- La pulpa utilizada como materia prima es macerada ya sea como lámina o como lechada con una solución de NaOH al 17-22%.

10.

2.- El exceso de licor de maceración se elimina prensando de manera que la celulosa alcalina resultante contiene de 30 a 35% de celulosa; su contenido de NaOH es entonces de 15 a 17%.

15.

3.- La celulosa alcalina se desgarrar y se añeja a entre 20 y 60° hasta que se reduce el tamaño molecular de la celulosa al nivel deseado. Entre más alta es la temperatura, más rápido es el proceso de despolimerización. La reacción puede ser acelerada usando oxidantes o catalizadores, como por ejemplo peróxidos, iones de cobalto, manganeso y así sucesivamente.

20.

4.- La celulosa alcalina añejada es xantada con una cantidad de disulfuro de carbono que depende del producto que se vaya a manufacturar. Las porciones usadas con más frecuencia son las siguientes: para fibras cortas y películas de 28 a 35% de la cantidad de celulosa en la celulosa alcalina para fibras cortas de tipo de "alto módulo en número" considerablemente más, para fibras polinósicas hasta de 50 a 60%; para hilazas de filamentos de 32 a 40% para cuerdas de rayón más de 36%.

25.

30.

5.- El xantato se disuelve en solución de NaOH, cu

ya cantidad y concentración se elige de manera que la solución preparada, la viscosa, adquiera la composición deseada; celulosa de 4 a 10% y NaOH de 2.5 a 8%, dependiendo del producto que se vaya a manufacturar.

5. 6.- La viscosa se madura y se filtra una o varias veces ya sea durante o después de la maduración y se hila para obtener fibras o se cuela para hacer películas. Una condición para que tenga buenas características de hilado es que la filtrabilidad de la viscosa que se vaya a hilar sea buena.
10. La propiedades del producto de viscosa final dependen de ciertos números de factores diferentes. Las características de resistencia de las fibras y las películas son tal vez más influenciadas por el procedimiento de hilar y colar. Un factor notable es también la cantidad de carbohidratos de bajo peso molecular en la celulosa alcalina que se vaya a xantar, puesto que el material de esta clase ejerce un efecto perturbador sobre la preparación y el hilado de la viscosa y también sobre muchas propiedades del producto final.
15. Por esta razón el fabricante de productos de viscosa debe preferir utilizar como materia prima pulpa que contenga un mínimo de material de bajo peso molecular, es decir, pulpa con un contenido muy alto de celulosa alfa. Sin embargo, los costos de producción de la pulpa de esta clase son considerables y esto a su vez hace menos provechosa la
20. Sin embargo, el grado de refinación de la pulpa usada como materia prima no tiene efecto decisivo sobre la cantidad de material de bajo peso molecular en la celulosa alcalina añejada. De hecho, cuando menos la mitad del mate
- 25.
- 30.

- rial de bajo peso molecular de la pulpa se elimina durante las primeras etapas del procedimiento de hacer viscosa, de maceración y de prensado. Sin embargo, al añejar la celulosa alcalina, las moléculas de alfa-celulosa, el componente principal de la pulpa, se dividen hasta un nivel adecuado para hilar y el producto final, al mismo tiempo que material nuevo de bajo peso molecular, se forman hasta un grado marcado. Una manera adecuada de expresar la cantidad de este material de bajo peso molecular es la solubilidad en una solución de NaOH al 10% ( $S_{10}$ ). El ejemplo siguiente da una idea del efecto de macerar y añejar sobre la cantidad de bajo peso molecular en la celulosa alcalina.
- 5.
- 10.

- La pulpa original fué pulpa de sulfito de coníferas con un contenido de alfa-celulosa de 90.8%, una viscosidad de 19 cP,  $S_{10}$  11.1% y una pérdida de maceración de 6.1%.
- 15.

$S_{10}$

(calculado sobre el peso de la pulpa original).

	Celulosa alcalina, inmediatamente después de macerar y prensar	2.8%
20.	Celulosa alcalina añejada, 24 horas a 25° C	5.4%
	Celulosa alcalina añejada, 48 horas a 25° C	6.6%
25.	Celulosa alcalina añejada, 72 horas a 25° C	9.1%

- Sin embarbo, el material de bajo peso molecular de la celulosa alcalina es dañino no solamente para las propiedades del producto de viscosa final, sino que interfiere también con la xantación de la celulosa alcalina de cadena larga. Hata donde se sabe, el material de carbohidrato -
- 30.

de cadena corta de esta clase reacciona a una velocidad con-  
siderablemente más alta con el disulfuro de carbono que la  
celulosa alcalina de cadena larga y en consecuencia permanec-  
ce disponible una cantidad correspondientemente menor de di-  
5. sulfuro de carbono para este último material.

Además de la reacción principal, la xantación de  
los carbohidratos, el disulfuro de carbono se consume también  
por reacciones secundarias, es decir, por reacciones -  
con el NaOH presente en la celulosa alcalina. Se calcula que  
10. bajo condiciones ordinarias de xantación estas reacciones -  
secundarias consumen por lo general de 25 a 35% por peso de  
la cantidad de CS<sub>2</sub> que se añade.

Los costos de materia prima más grandes comprende  
dos en la manufactura de productos de viscosa son lo que --  
15. proceden de la pulpa, el disulfuro de carbono y el hidróxi-  
do de sodio. Los fabricantes de productos de viscosa conside  
ran que la relación entre NaOH y celulosa en la viscosa es  
uno de los factores más importantes que influye en el costo  
de producción de los productos de viscosa. Esto es el -  
20. resultado parcial de que, además del costo procedente del -  
consumo de NaOH, el consumo de ácido sulfúrico en el hilado  
es directamente proporcional al contenido de NaOH de la vis  
cosa. Si, en un procedimiento de viscosa convencional, se usa  
19% de licor de maceración en la manufactura de viscosa que  
25. contenga 9% de celulosa, no puede alcanzarse un contenido de  
NaOH de menos de 4.8%, aún cuando el xantato se disuelva en  
agua pura. La relación de NaOH/celulosa será entonces de aprox  
madamente 0.53 a 0.54.

En años recientes, la industria ha logrado, en tér  
30. minos generales, convertir varios procedimientos intermitent

- tes en procedimientos de trabajo continuo. Como regla, esto se relaciona con una reducción en los tiempos de reacción con vistas a obtener una capacidad de producción suficientemente grande con maquinaria de tamaño pequeño. En la mayor parte de los casos, es práctico elevar la temperatura de reacción y de esta manera se reduce el tiempo de reacción. Hasta ahora ha resultado imposible convertir con éxito el procedimiento de viscosa para una operación continua, puesto que la elevación de la temperatura de xantación aumenta la velocidad de las reacciones secundarias que consumen  $\text{CS}_2$  más que la reacción principal, es decir la formación del xantato de celulosa. De acuerdo con la anterior debe considerarse  $308^\circ\text{K}$  como la temperatura máxima en la xantación convencional.
5. La invención que se presentará ahora tiene como fin eliminar las desventajas arriba mencionadas.
10. De acuerdo con la invención se provee un procedimiento para la fabricación de viscosa, en el cual la celulosa alcalina envejecida se somete, antes de la xantación, a al menos un tratamiento de maceración y prensado en el cual una solución acuosa de  $\text{NaOH}$ , a una concentración inferior al 15% en peso se usa para al menos una maceración, las cuales operaciones de remaceración y prensado reducen la cantidad de  $\text{NaOH}$  para producir una segunda celulosa alcalina con una relación ponderal de  $\text{NaOH}$  a la celulosa de 0.5 o menos, dicha segunda celulosa alcalina se xanta con disulfuro de carbono, y el xantato resultante se disuelve en solución de  $\text{NaOH}$  diluida o agua para proporcionar la viscosa.
15. La primera maceración de la celulosa alcalina envejecida se puede realizar con una solución acuosa de  $\text{NaOH}$
- 20.
- 25.
- 30.

a una concentración del 10-12% en peso.

5. La cantidad de disulfuro del carbono, usada en la operación de xantación en la fabricación de viscosa para fibras y películas de rayón puede estar comprendida por la gama del 14 al 25%; para filamentos de rayón y fibras de rayón del tipo de elevado módulo en húmedo, menos del 32%; para -cordón de rayón menos del 35%; y para fibras polinósicas, menos del 40%, basado sobre el peso de la celulosa en la celulosa alcalina a xantar.

10. La xantación se efectúa con preferencia a una temperatura superior a 308°K, por ejemplo dentro de la gama de 308 a 313°K, y con preferencia durante un período de tiempo inferior a 40 minutos.

15. El xantato se puede disolver en agua o solución -acuosa de NaOH, para proporcionar una viscosa con una relación ponderal de Na a celulosa de 0,5 o menos. El xantato -se puede disolver en agua o solución acuosa de NaOH, para proporcionar una viscosa con un relación ponderal de NaOH, a celulosa dentro de la gama de 0,35 a 0,45. La preparación de 20. la viscosa se realiza preferentemente como un procedimiento continuo.

De acuerdo con el principio de la invención, el procedimiento puede ser el siguiente. Después de envejecerla, la celulosa alcalina se remacera con una solución acuosa de 25. NaOH. La concentración del licor de remaceración es inferior al 15% en peso. Después del prensado, la segunda celulosa alcalina contiene un 10-15% de NaOH en peso, según la concentración del licor de remaceración, y su relación ponderal -del álcali a la celulosa está dentro de la gama de 0,30 a 30. 0,50. Con miras al resultado final, un 10-12% es la concen-

tración más conveniente del licor de remaceración, ya que a esta concentración la solución de NaOH tiene su potencia máxima para disolver e hinchar. Simultáneamente se aprovecha el hecho de ser el contenido de NaOH libre en la celulosa alcalina a xantar menor que él en los procedimientos convencionales para fabricar viscosa razón por la cual se reduce también en la xantación el consumo de disulfuro de carbono por las reacciones secundarias con el NaOH.

5. Después de la segunda operación de maceración prensado la celulosa alcalina se desmenuza y se puede xantar entonces con una cantidad de disulfuro de carbono inferior a la normal por ejemplo un 14-26% para fibras y películas de rayón menos del 32% para filamentos de rayón y fibras de rayón del tipo de elevado módulo en húmedo, menos del 40% para fibras polinósicas y menos del 35% para cordón de rayón. Ello es practicable porque la celulosa alcalina contiene mucho menos material de bajo peso molecular y NaOH que lo usual, por consiguiente las reacciones con estos compuestos consumen considerablemente menos disulfuro de carbono que en procedimientos convencionales.
- 10.
- 15.
- 20.

Desde luego, cantidades de disulfuro de carbono equivalentes a las usadas en procedimientos convencionales con aplicables en el procedimiento inventado, pero ello sería antieconómico.

25. Si antes de la xantación, la celulosa alcalina se remacera con solución de NaOH al 10% el contenido de NaOH de la celulosa alcalina a xantar es del 11% aproximadamente. Se ha comprobado que en tal caso la solubilidad del xantato es sumamente buena, de modo que si se usa una legía disolvente muy diluída, se puede fabricar una viscosa de buena filtrabi
- 30.

lidad con un contenido de NaOH de sólo un poco más del 3%, pero éste puede variar dentro de la gama del 3.0 al 4.5% - cuando el contenido de celulosa es del 9-10%. La relación -

5. con preferencia inferior a 0.45 pero puede ser de tan sólo 0.35. Cuando se usa en la viscosa una relación NaOH a celulosa reducida, es a veces conveniente usar en la xantación más disulfuro de carbono que lo mencionado en lo que precede.
10. Dado que la proporción de las reacciones secundarias es mucho menor que la usual, debido al bajo contenido de material de bajo peso molecular y NaOH en la celulosa al calina, la temperatura de la xantación se puede aumentar a más de la gama de 298-308°K que corrientemente se aplica, -
15. por ejemplo hasta 353°K con preferencia hasta la gama de 318-328°K, sin que aumente excesivamente la proporción de disul furo de carbono consumido por las reacciones secundarias. - Por ello, se puede acortar el tiempo de la xantación, por ejemplo a 20-40 minutos, lo que facilita la realización en
20. forma continua de todo el procedimiento para la fabricación de viscosa.
- El procedimiento de viscosa puede convertirse a - un procedimiento continuo de manera tal que la pulpa de la cual se hace la viscosa se alimenta como un flujo continuo
25. o una banda continua a una serie de recipientes de reacción y dispositivos sucesivos, en cada uno de los cuales ocurre uno o más de los tratamientos de la preparación de la viscosa y el material después de pasar continuamente a través del equipo habrá pasado en el orden correcto ya sea a través de
30. todas o algunas de las etapas de manufactura de viscosa.

A continuación se presentan algunos ejemplos de la aplicación del método de conformidad con la presente invención.

EJEMPLO I.

5. Se maceraron muestras similares de pulpa al sulfito de coníferas, con un contenido de  $\alpha$ -celulosa de 90.8% y una viscosidad de 19cP, como hojas de 298°K, exactamente de la misma manera con una solución de NaOH de 19% y se prensó de tal manera que la celulosa alcalina contenía 30.5% de celulosa, y 15.7% de NaOH. Todas las muestras se añejaron sin desgarrar las hojas 4 muestras para 60 horas y dos muestras para 72 horas a 298°K, y dos muestras restantes a 333°K durante 3 horas y 3 horas y media, respectivamente. Las primeras cuatro muestras fueron xantadas sin remaceración, usando una cantidad de 29, 26, 23 y 20% de disulfuro de carbono calculado sobre la cantidad de celulosa en la celulosa alcalina. Todas las otras muestras fueron remaceradas antes de la xantación y se usó una solución de NaOH al 10% para esta maceración. La segunda maceración de la muestra 8 fue una maceración en lechado, mientras que los otros casos de la segunda maceración se efectuaron como maceración en hoja. Después de la segunda maceración, las muestras fueron prensadas, de manera que la composición de la celulosa alcalina fue de 32.3% de celulosa y 11.2% de NaOH. En la xantación, se usó disulfuro de carbono de la manera siguiente: muestra 5, 29%; muestra 6, 16%; muestra 7, 18%; y muestra 8, 20%;. La xantación se llevó a cabo a 298°K durante 150 minutos. Después de la xantación, el xantato de celulosa se disolvió en todos los casos a 293°K en una solución de NaOH con una concentración y una cantidad que se eligieron para que la viscosa resultante contuviera 9% de celulosa y 5% de NaOH. Una novena muestra

- de la misma pulpa se maceró de la misma manera con la excepción de que se añadió 0,5 mg/litros de cobalto como  $\text{CoCl}_2$  - al primer licor de maceración. La viscosa se preparó exactamente de la misma manera que las muestras 5 y 8, con excepción de que la temperatura de añejamiento fue de 323°K y el tiempo de añejamiento de una hora. Después de 18 horas de madurar, la viscosidad de las viscosas se determinó por el método de la caída de la bola familiar en la tecnología de la viscosa y la filtrabilidad se valoró sobre la base del valor de taponamiento,  $K_w$ . Con el dispositivo de filtrado y el material de filtro que se aplicaron en la prueba y con una composición de viscosa de 9% de celulosa y 5% de NaOH y una viscosidad de 40 a 60 segundos, pudo determinarse la filtrabilidad por medio de la escala siguiente:
- 15.  $K_w$  300 o menos, excelente filtrabilidad
  - $K_w$  300-500, buena filtrabilidad
  - $K_w$  500-800 filtrabilidad media,
  - $K_w$  800 o más, poca filtrabilidad.

Los resultados se han compilado en la Tabla 1.

20.

TABLA I

Muestra	Núm. de Maceración	Añejamiento			Exposición		Viscosa	
		Temp. °K	Tiempo horas	$\text{CS}_2$ %	Temp. °K	Tiempo min.	Viscosidad seg.	Filtrabilidad $K_w$
25.	1	298	60	29	298	150	42	250
	2	298	60	26	298	150	45	610
	3	298	60	23	298	150	56	1220
	4	298	60	20	298	150	89	4520
30.	5	298	72	20	298	150	43	240

(Tabla I, continuación).

	6	2	298	72	16	298	150	54	540
	7	2	333	3	18	298	150	64	450
	8	2	333	3.5	20	298	150	49	510
5.	9	2	323	1	20	298	150	88	530

Ejemplo 2.

Se maceró 7 muestras similares de pulpa al sulfito de madera de abedul, con un contenido de  $\alpha$ -celulosa de 90.2% y una viscosidad de 18cP, como hojas o 298°K, exactamente de la misma manera, con una solución de NaOH de 19% y se les prensó de tal manera que la celulosa alcalina contenía 31.4% de celulosa y 15.6 de NaOH. Todas las muestras se añejaron sin desgarrar, 5 muestras durante 48 horas a 298°K y 2 muestras durante dos horas y media a 333°K. Las muestras 1, 2 y 3 fueron xantadas sin remaceración, usando 28, 24 y 22% de CS<sub>2</sub>, calculado sobre la cantidad de celulosa en la celulosa alcalina. Todas las otras muestras fueron remaceradas después de la xantación, usando una solución de NaOH al 10%. Después de prensar la celulosa alcalina contenía 32.9% y 11.4% de NaOH. En la xantación se usó disulfuro de carbono de la manera siguiente: muestra 4, 22%; muestra 5, 20%; muestra 6, 22%; muestra 7, 20%. En todos los casos la xantación se efectuó a 298°K durante 150 minutos. El xantato se disolvió en cada caso a 293°K en una solución de NaOH de una concentración y en una cantidad que se eligieron como para que la viscosa resultante contuviera 8.8% de celulosa y 5% de NaOH. Después de 18 horas de madurar, la viscosidad de las viscosas se determinó por el método de la caída de la bola y la filtrabilidad se valoró sobre la base del valor de taponamiento  $K_w$ . Los resultados se compilaron en la Tabla 2.

TABLA 2

Mues tra	Núm. de macera- ción.	Añejamiento		Xantación			Viscosa	
		Temp. °K	Tiempo horas	CS <sub>2</sub> %	Temp. °K	Tiem. po min.	Vis- cosi- dad seg.	Filtra- ción K <sub>w</sub>
5.	1	298	48	28	298	150	54	450
	2	298	48	24	298	150	64	1240
	3	298	48	22	298	150	79	3170
	4	298	48	22	298	150	88	410
10.	5	298	48	20	298	150	87	640
	6	333	21/2	22	298	150	67	380
	7	333	21/2	20	298	150	65	490

EJEMPLO 3

15. Se maceraron 4 muestras similares de pulpa al sulfito de coníferas mencionadas en el Ejemplo 1 como hojas a 298°K con una solución de NaOH, al 19% las muestras 1 y 2 durante 60 minutos sin añadir catalizador, las muestras 3 y 4 durante 15 minutos con una lejía que contenía 0.5 mg/litro de cobalto como - CoCl<sub>2</sub>. Todas las muestras fueron prensadas como en el ejemplo

20. 1, las muestras 1 y 2 se añejaron a 333°K durante 80 minutos. Las muestras 2, 3 y 4 se maceraron entonces con una solución de NaOH al 10%, la muestra 2 durante 60 minutos, las muestras 3 y 4 durante 15 minutos y se prensaron como en el ejemplo 1. Se usó disulfuro de carbono en la xantación de la manera si-

25. guiente: muestra 1, 28%; muestra 2, 18%; muestra 3, 24%; y — muestra 4, 20%. En todos los casos la temperatura de xantación fue de 323°K y el tiempo de xantación de 25 minutos. La viscosa preparada contenía 9% de celulosa y 5% de NaOH. Los resultados se compilan en la Tabla 3.

30.

.../...

TABLA 3

Mue- stra	Macera- cion I		Macera- cion II		Xantación		Viscosa		
	Tiempo min.	Temp. °K	Tiem- po min.	Tiempo min.	CS <sub>2</sub> %	Temp. °K	Tiem- po min.	Visco- sidad seg.	Fil- trabi- lidad K <sub>w</sub>
1	60	333	180	-	28	323	25	64	15000
2	60	333	180	60	18	323	25	68	330
3	15	323	80	15	24	323	25	38	280
4	15	323	80	15	20	323	25	32	380

5.

10.

15.

20.

Estos resultados indican que después de una sola ma-  
ceración, no puede obtenerse una viscosa de filtrabilidad - -  
aceptable con una xantación a alta temperatura, aún cuando se  
utilice una cantidad normal de disulfuro de carbono, mientras  
que después de la doble maceración esto es practicable, aún -  
cuando se use una cantidad de disulfuro de carbono mucho menor.  
En las pruebas 3 y 4 el tiempo total a partir de la primera -  
maceración hasta el fin de la xantación fue de solamente 150  
minutos. Por esto puede llegarse a la conclusión de que ha-  
ciendo la manufactura de la viscosa continua puede obtenerse  
una capacidad de producción considerable aún con una maquina-  
ria de tamaño relativamente pequeño.

EJEMPLO 4

25.

30.

Se maceraron 4 muestras similares de pulpa al sul-  
fito de coníferas como la mencionada en el Ejemplo 1, como ho-  
jas a 298°K con una solución de NaOH al 19%, tras de lo cual  
las hojas se prensaron como en el ejemplo 1, se añejaron a -  
298°K durante 72 horas, se maceraron con solución de NaOH al  
10% y se prensaron como en el Ejemplo 1. Pero las muestras fue-  
ron xantadas con disulfuro de carbono al 24% a 298°K durante  
150 minutos. Los xantatos se disolvieron en una cantidad tal

de solución de NaOH o agua como para dar un contenido de celulosa de 8.7 a 8.8% en la viscosa. Las concentraciones de las soluciones de NaOH se eligieron de manera que el contenido de NaOH entre la viscosa en la muestra 1 fue de 5.0%, en la muestra 2 de 4.0% y en la muestra 3 de 3.5%. El xantato de la muestra 4 se disolvió en agua. Los resultados se compilan en la tabla 4.

TABLA 4

Muestr.	Núm. de maceración	Añejamiento			Xantacion		Viscosa		
		Temp. °K	Tiempo horas	CS <sub>2</sub> %	Temp. °K	Tiempo min.	NaOH	Viscosidad	Filtrabilidad. K <sub>w</sub>
1	2	298	72	24	298	150	5.0	40	110
2	2	298	72	24	298	150	4.0	60	230
3	2	298	72	24	298	150	3.5	70	190
4	2	298	72	24	298	150	3.1	90	450

20. EJEMPLO 5

Se maceraron 8 muestras similares de pulpa al sulfito de coníferas como la mencionada en el ejemplo 1 como hojas a 298°K con una solución de NaOH al 19% y se prensaron como en el ejemplo 1. Las muestras 1 a 4 fueron añejadas a 333°K durante 3 horas y las muestras 5 a 8 durante 3 horas 1/2. Todas las muestras se maceraron con solución de NaOH al 10% y se prensaron como en el Ejemplo 1. Para la xantación, se usó disulfuro de carbono al 28% en las pruebas 1, 4 y 7, y disulfuro de carbono al 24% en las pruebas 2, 5 y 8 y disulfuro de carbono al 20% en las pruebas 3 y 6. Los xantatos se disolvieron en

solución de NaOH a concentraciones tales que el contenido de NaOH de las viscosas fue de 9.0% en las pruebas 1 a 3, de 4.0% en las pruebas 4 a 6 y de 3.5% en las pruebas 7 y 8. La cantidad de lejía disolvente fue tal como para que el contenido de celulosa de todas las viscosas fuera de 8.7 a 8.8%.

Los resultados se han compilado en la Tabla 5.

TABLA 5

Muestra	Número de maceración	Añejamiento			Xantación		Viscosa		
		Temp. °K	Tiempo horas.	CS <sub>2</sub> %	Temp. °K	Tiempo min.	NaOH %	Viscosidad seg.	Filtrabilidad K <sub>w</sub>
10.	1	333	3	28	298	150	5.0	64	250
	2	333	3	24	298	150	5.0	69	220
15.	3	333	3	20	298	150	5.0	69	450
	4	333	3	28	298	150	4.0	92	230
	5	333	3	1/224	298	150	4.0	69	300
	6	333	3	1/220	298	150	4.0	65	490
	7	333	3	1/228	298	150	3.5	78	270
20.	8	333	3	1/224	298	150	3.5	78	540

Los resultados de los Ejemplos 4 y 5 indican que una segunda maceración, llevada a cabo con NaOH al 10% antes de la xantación, ofrece una manera de preparar, con cantidad de CS<sub>2</sub> que son normales e inferiores a las normales, viscosas con alto contenido de celulosa y buena filtrabilidad, pero con un contenido de NaOH que es de 20 a 40% inferior a lo normal.

La invención no está restringida a los ejemplos anteriores, sino que puede variarse dentro del campo de las reivindicaciones de patente. Por ejemplo, de acuerdo con la invención, la celulosa alcalina puede volverse a macerar dos veces o varias veces de acuerdo con el objeto buscado, sin des

viarse del principio básico de la invención.

NOTA

- La Patente de Introducción que se solicita por diez años, para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre:
5. "PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE VISCOSA", citándose como Fuente de Procedencia Patente en Gran Bretaña nº 1.256.790, según las características esenciales de las siguientes:

REIVINDICACIONES

10. 1ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, caracterizado por el hecho de que celulosa alcalina añejada, antes de ser xantada, es sometida a por lo menos un tratamiento de maceración y prensado, en el cual una solución acuosa de NaOH a una concentración inferior al 15% por peso es usada para por lo menos una maceración, dichos pasos de remaceración y prensado reduciendo la cantidad de NaOH para producir una segunda celulosa alcalina con una proporción de NaOH a celulosa por peso de 0.5 o menos que esto, xantando dicha segunda celulosa alcalina con disulfuro de carbono y disolver el xantato resultante en una solución diluida de NaOH o agua para producir la viscosa.
15. 2ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la primera maceración de la celulosa alcalina añeja se realiza con una solución acuosa de NaOH de una concentración de 10-12% por peso.
20. 3ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con las reivindicaciones 1, ó 2, caracterizado por que la cantidad de disulfuro de carbono utilizada en la xantación en la manufactura de viscosa para una fibra de rayón
- 25.
- 30.

y película está en la escala de entre 14-25%; para filamento de rayón y una fibra de rayón del tipo de alto módulo en húmedo, menos del 32%; para cuerdas de rayón, menos del 35%; y para fibras poliméricas menos del 40% basado en el peso de la celulosa en la celulosa alcalina a ser xantada.

5.

4ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la xantación se realiza a una temperatura superior a 35°C.

10.

5ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque la xantación se realiza a una temperatura en la escala de 35 a 40°C, y durante un período de tiempo más corto que 40 minutos.

15.

6ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el xantato se disuelve en agua o en una solución acuosa de NaOH para producir viscosa con una solución por peso de Na a celulosa de 0.5 o menos.

20.

7ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el xantato se disuelve con agua o una solución acuosa de NaOH para producir viscosa con una proporción por peso de NaOH a celulosa de entre 0.35 a 0.45.

25.

8ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la preparación de la viscosa se lleva a cabo en un procedimiento continuo.

30.

9ª.- Procedimiento para la manufactura de viscosa, de acuerdo con la reivindicación 1, substancialmente como se ha descrito con referencia a los ensayos con el cual la celu

losa alcalina añeja es sometida a un segundo tratamiento de maceración, como se indica en los ejemplos.

10.- "PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE VISCOSA"

5. Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 FEB. 1975

OY KESKUSLABORATORIO-CENTRALLABORATORIUM AB.

P. P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera

10.