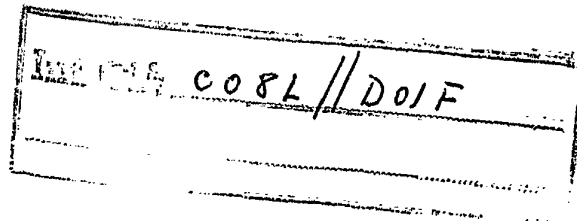


MG

441.667



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

A favor de:

TACHIKAWA RESEARCH INSTITUTE, de nacionalidad japonesa,
domiciliada en 199, Nakanochō, Shirakawabashi Higashi,
4-chome, Sanjo, Higashiyama-ku, KYOTO (Japon).

por:

"Perfeccionamientos en la fabricación 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 fabricación de la viscosa con objeto de mejorar su filtrabilidad, caracterizados por el hecho de efectuar la mercerización de la pulpa del material en la solución de sosa cáustica que contiene zincato de sodio o aluminato de sodio, añadir a la alcalicelulosa de un 15 a un 29 % en peso de disulfuro de carbono con res-

pecto a la celulosa, efectuar la xantogenación durante aproximadamente 30 a 90 minutos, y disolver luego el xantato añadiéndole la solución de alcali y agua (en varias veces separadamente).

5 En el procedimiento convencional para fabricar la viscosa, la pulpa de material se merceriza en una solución de sosa caústica al 18,5 % en peso, después de lo cual se efectúa un envejecimiento de la alcalicelulosa, y se añade a la celulosa aproximadamente de un 25 a un
10 35 % en peso de disulfuro de carbono, efectuándose la xantogenación en estado seco durante 75 a 120 minutos, y después el xantato se disuelve durante 120 minutos., agregando para ello al mismo la cantidad total requerida de solución de alcali y agua. Es decir, el método de xantogenación en seco se aplica para el proceso ordinario
15 de fabricación de la viscosa. En la industria actual de la viscosa, la solución de mercerización se reutiliza simplemente controlando la concentración de sosa caústica sin retirar la hemicelulosa de la solución de mercerización residual, por lo cual dicha solución contiene ordi-
20 nariamente de 30 a 60 g/l de hemicelulosa. En la xantogenación de la alcalicelulosa obtenida empleando para ello dicha solución de mercerización, no se puede obtener una viscosa con menos filtrabilidad a menos que se emplee
25 más de un 30 % en peso de disulfuro de carbono respecto la celulosa que se utiliza generalmente.

Se aprecia asimismo igual tendencia en el caso de utilizar la pulpa de un contenido bajo en α -celulosa (por ejemplo aproximadamente 90 % en peso).

Los procedimientos para fabricar fibras bien
rizadas, añadiendo zincato de sodio a la viscosa son bien
conocidos en las Patentes Japonesas núms. 60-13715, 61-
20768 y 71-6105, pero en tales procedimientos la sal de
5 cinc actúa como un modificador del xantato de sodio.

En la presente invención, la solución de merce-
rización que contiene zincato de sodio o aluminato de so-
dio se prepara, añadiendo y disolviendo un 0,05 a un 5%
en peso de óxido de cinc o hidróxido de aluminio y la
10 pulpa de material se sumerge en dicha solución. A causa
de que el poder de hinchamiento y el poder disolvente de
la solución de mercerización para la celulosa están mejo-
radas, la zona cristalina de la celulosa es atacada fá-
cilmente y se disuelve la celulosa de bajo grado de poli-
15 merización. Cuando se añade disulfuro de carbono a dicha
alcalicelulosa a una temperatura relativamente baja (por
ejemplo, a 26°C) solamente penetra en la misma el disul-
furo de carbono y apenas produce la reacción de xanto-
genación. Después que el disulfuro de carbono penetra com-
20 pletamente en la alcalicelulosa, se efectúa la xantogena-
ción durante 30 a 90 min., elevando para ello la tempera-
tura hasta 30°C, después de lo cual se obtiene la viscosa
añadiendo a tal fin solución de alcali y agua.

Una cantidad de disulfuro de carbono necesaria
25 se añade a la alcalicelulosa a 26°C en una amasadora me-
cánica y se eleva gradualmente la temperatura hasta 30°C
durante un tiempo de 75 minutos, haciendo circular con
tal objeto agua caliente a través de una envoltura. Des-
pués de haber añadido 1/3 de la cantidad total de solu-

ción de alcali diluída, después de transcurridos 20 min., se agrega 1/3 y después de pasados otros 15 minutos se añade el resto. Después de que la temperatura llega hasta 30°C, se enfría a 16°C, haciendo circular agua fría a través de una envoltura durante 20 minutos y se mantiene constantemente la temperatura (16°C) hasta que la disolución es completa. El tiempo total es de 135 minutos. Resulta eficiente el hecho de que este procedimiento se lleva a cabo sin degasificación. En este caso, la cantidad de solución de alcali y agua añadida es controlada de manera que la composición viscosa queda incluída en el regimen de la composición convencional de viscosa. Mediante el empleo de la expresada condición de xantogenación, la proporción entre la reacción secundaria y la reacción regular es baja y de esta manera se utiliza eficientementé el disulfuro de carbono.

Como se ha explicado anteriormente, en la presente invención,

(1) La zona cristalina de la celulosa se hace disminuir, mediante la solución de mercerización que contiene zincato de sodio o alúminato de sodio y el grado de polimerización es comparativamente uniforme, y

(2) La reacción secundaria se hace disminuir por xantogenación semihúmeda. Este procedimiento se caracteriza porque mediante los efectos (1) y (2), se emplea menor cantidad de disulfuro de carbono que en el caso de la viscosa convencional, y porque se obtiene en un corto espacio de tiempo una viscosa con una filtrabilidad mejorada (el tiempo de xantogenación es de unos 30 a 90 minutos y el

tiempo total, comprendiendo la disolución es de 120 a 135 minutos.)

5 Dicha viscosa presenta una filtrabilidad mejorada y menos fibras libres y el valor de la constante de obstrucción (kW) de la viscosa es de aproximadamente 250 a 500. Esto es un hecho sorprendente, en comparación con el valor de la constante de obstrucción de 400 a 800 de la viscosa convencional.

10 Como consecuencia, se obtiene una disminución del número de malla de tela filtrante y se consigue una reducción en la obstrucción de la boquilla o tobera.

15 Además, gracias a la disminución de la cantidad de disulfuro de carbono, se consigue rebajar el coste de fabricación y reducir el desprendimiento de gas. Es decir, el procedimiento presenta ventajas por lo que respecta a la economía y contra la contaminación.

A continuación se dan algunos ejemplos relacionados con la presente invención.

Ejemplo 1

20 Pulpa de madera dura al bisulfito que contiene un 95,4 % en peso de α -celulosa y tiene un grado de polimeración medio de 900, se sumerge en la solución de sosa caústica al 18,5 % en peso con un contenido de 0,88 % en peso de cincato de sodio, mezclando y calentando un 0,5 %
25 en peso de óxido de cinc (con respecto a la solución de sosa caústica) a una temperatura de 20°C durante un tiempo de 1 hora y, después de un prensado que determina la obtención de un 32,5 % en peso de celulosa y un 16 % en peso de alcalí, se efectúa un molido o deshilachado a una tem-

peratura de 28°C y se envejece durante un espacio de 17 horas. Después se efectua la xantogenación durante 30 min. elevando la temperatura de 26°C hasta 29°C, utilizando para ello un 25 % en peso de disulfuro de carbono con respecto la celulosa en una amasadora mecánica, se añade la solución de alcali, se agrega el agua de disolución en cinco veces separadamente, requiriendose 135 minutos desde el comienzo de la xantogenación hasta el término de la disolución. De éste modo se prepara la viscosa que comprende un 8,8 % en peso de celulosa y un 5,7 % en peso de álcali. La relación en peso de solución de mercerización con respecto a la pulpa utilizada es de 20. De igual manera, en el caso en que el % en peso de óxido de cinc es de 0, 0,1, 0,3, 0,75, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, y 5,0, la viscosa se prepara, respectivamente, en las mismas condiciones.

Se miden la constante de obstrucción de filtrabilidad, el valor γ y la viscosidad según la caída de bola de cada viscosa.

Los resultados son los siguientes:

	Oxido de cinc	Constante de	viscosidad según	Valor γ
	% en peso	Obstrucción	caída de bola	
20	0	553	40 seg.	42
	0,1	240	42	43
	0,3	180	38	43
	0,5	140	40	44
25	0,75	150	35	46
	1,0	140	45	48
	2,0	165	44	53
	3,0	205	49	45
	4,0	280	51	50
	5,0	330	50	48

La curva de xantogenación y de disolución se representa en la figura 1 de la hoja de dibujos, en la cual las siglas representan:

	T (min.)	Tiempo (min,)
5	T (°C)	Temperatura en °C.
	10 % p s a	10 : en peso de solución de alcali
	a r	agua requerida

La filtrabilidad se valora de acuerdo con la siguiente pauta:

10	constante de obstrucción	menor de 200	filtrabilidad excelente
	"	de 200 a 400	" buena
	"	de 400 a 700	" media
	"	mayor de 700	" escasa

Ejemplo 2

15 Se prepara la viscosa empleando para ello la solución de mercerización en la que se mezcla un 0,5 % en peso de óxido de cinc mediante calentamiento y un 17,5 % en peso, un 18,7 % en peso y un 20 % en peso de disulfuro de carbono respecto la celulosa. Las otras condiciones son las mismas que las del ejemplo 1, y el resultado se compara con el caso en que no se añade óxido de cinc.

	Disulfuro de carbono (% en peso)	ZnO (% en peso)	Constante de obstrucción	Viscosidad según caída de bola (seg)	valor γ
	17,5	0	imposible de medir		
25	"	0,5	600	70	32
	18,7	0	1500	80	32
	"	0,5	410	70	34
	20	0	1273	45	37
	"	0,5	240	47	38

Ejemplo 3

Se prepara la viscosa empleando la solución en la que se mezcla mediante calentamiento un 0,3 % en peso de hidróxido de aluminio. Las otras condiciones son las mismas que las del ejemplo 1. Se miden la constante de obstrucción de filtrabilidad, la viscosidad según caída de bola, y el valor γ . Los resultados obtenidos son los siguientes: Constante de obstrucción de filtrabilidad: 98, viscosidad según caída de bola: 35 seg., y valor γ : 42.

5

Ejemplo 4

Pulpa de madera dura al bisulfito que comprende un 90 % en peso de α -celulosa y un grado de polimerización medio de 850 se sumerge en una solución de sosa cáustica al 18,5 % en peso, que contiene 30g/l de hemicelulosa y un 0,79 % en peso de cincato de sodio mediante mezcla y calentamiento de 0,45 % en peso de óxido de cinc a una temperatura de 65°C durante 20 minutos, en estado pastoso, y después de un prensado hasta tener un 34 % en peso de celulosa y un 15,6 % en peso de álcali, la masa prensada es molida y envejecida a una temperatura de 55°C durante 2 horas. Después de la xantogenación durante 75 minutos a una temperatura de 26 a 30°C, empleando para ello un 25 % en peso de disulfuro de carbono respecto a la celulosa en una amasadora mecánica, se añade la solución de alcali en tres veces separadamente, requiriéndose 135 minutos desde el comienzo de la xantogenación hasta el término de la disolución. De esta manera se prepara la viscosa que comprende un 8,5 % en peso de celulosa y un 6,0 % en peso de álcali. La relación en peso de solución de mercerización respecto de la

10

15

20

25

	Temperatura (°C)	65	65	65
	tiempo (min.)	20	20	20
	<u>Alcalicelulosa</u>			
	Celulosa (% en peso)	34	34	34
5	álcali (% en peso)	15,7	15,7	15,6
	<u>Envejecimiento</u>			
	Temperatura (°C)	54	55	55
	Tiempo (min)	120	120	120
	<u>Xantogenación</u>			
10	disulfuro de carbono respecto la celulosa (% en peso)	26	18	27
	temperatura (°C)	25 - 30	24 - 30	26 - 30
	tiempo (min.)	75	80	75
	<u>Disolución</u>			
15	Tiempos de adición	3	5	3
	tiempo total (min.)	135	140	135
	<u>Viscosa</u>			
	celulosa (% en peso)	8,8	8,5	8,5
	álcali (% en peso)	5,7	6,0	6,0
20	constante de obstrucción a la filtrabilidad	380	520	400
	valor γ	45	33	46
	viscosidad según caída de bola (seg.)	47	45	43

N O T A

=====

25

Se reivindica como objeto de ésta patente:

1.- Perfeccionamientos en la fabricación de la viscosa, caracterizados por efectuar la mercerización sumergiendo la pulpa del material en una solución de sosa cáustica que contiene

de un 0,05 a un 5,0 % en peso de cincato de sodio así como óxido de cinc y en su caso de un 0,05 a un 5,0 % en peso de aluminato de sodio efectuar la xantogenación añadiendo a la alcalicelulosa de un 15 a un 29 % en peso de disulfuro de carbono con respecto a la celulosa, durante 30 a 90 minutos, controlando la temperatura, y por último efectuar la disolución del xantato añadiéndole la solución de alcali y agua.

2.- Perfeccionamientos en la fabricación de la viscosa.

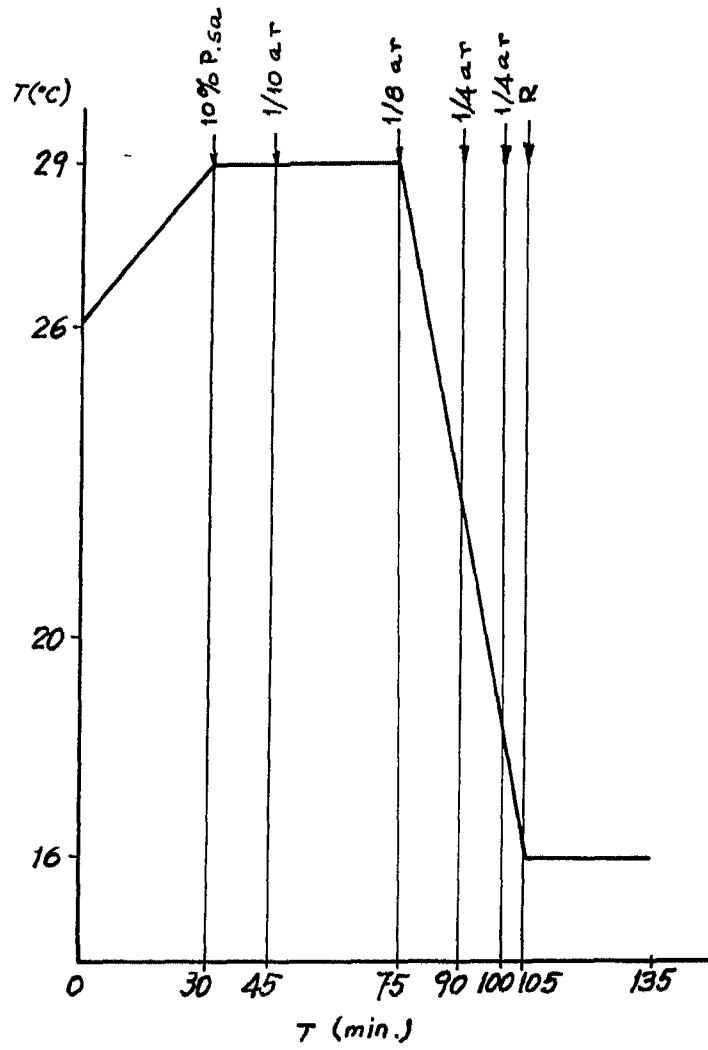
Esta memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

BARCELONA, - 2 OCT. 1975

P.A.

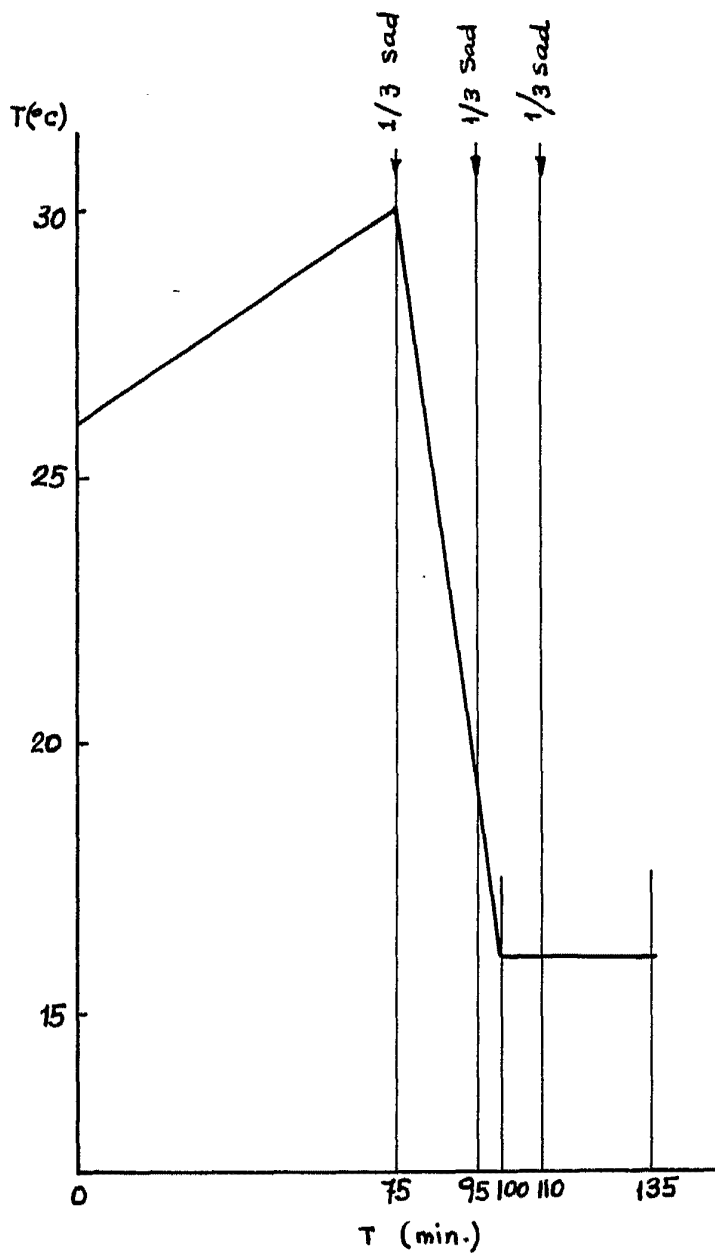


FIG. 1



FOR AUTORIZACION.

FIG. 2



POE AUTORIZACION