

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

5-ENE. 1979
Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

19 ES	11	10 A1
21	NÚMERO 72035	
22	FECHA DE PRESENTACION 26 JUL. 1978	

30 PRIORIDADES:		32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO			
819.080		26.7.77	EE.UU. de A.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA	
	D01F		
54 TITULO DE LA INVENCION			
Procedimiento para producir un precursor de una solución de celulosa en un óxido de amina terciaria.			
71 SOLICITANTE (S)			
AKZONA INCORPORATED			
DOMICILIO DEL SOLICITANTE			
P.O. Box 2930, Asheville, North Carolina 28802, EE.UU. de A.			
72 INVENTOR (ES)			
CLARENCE CURTIS MCCORSLEY, III., JULIANNA KOLESOFF VARGA			
73 TITULAR (ES)			
74 REPRESENTANTE			
GÓMEZ-ACEBO.			

Esta invención se relaciona en general con la producción de celulosa regenerada y más particularmente con un procedimiento para preparar un material celulósico de óxido de amina sólido que puede ser utilizado para la fabricación de artículos celulósicos conformados, tales como fibras y filamentos.

En la Patente USA No. 2.179.181 se describe un procedimiento para disolver celulosa en un óxido de amina terciaria. De acuerdo con el proceso allí descrito, se disuelve de 7 a 10% en peso de celulosa en 93 a 90% en peso de un óxido de amina terciaria, para formar un líquido viscoso que se vierte en agua, alcohol o ácido diluido para precipitar la celulosa. Los óxidos de aminas terciarias adecuados para poner en práctica el proceso allí descrito, contienen 14 o menos átomos de carbono y pueden ser un óxido de una trialkilamina o de una amina terciaria alquilcicloalifática. La solución resultante tiene la desventaja de presentar un bajo contenido en sólidos y una alta viscosidad.

En la Patente USA No. 3.447.939 se describe otro proceso para disolver celulosa en un óxido de amina terciaria. Como disolvente se emplea un compuesto cíclico de mono(N-metilamina-N-óxido) tal como N-metilmorfolina-N-óxido. Las soluciones resultantes tienen igualmente las mismas desventajas que las preparadas por el proceso descrito en la Patente USA No. 2.179.181, debido a que también ofrecen un bajo contenido en sólidos y una alta viscosidad.

De acuerdo con el proceso descrito en la patente USA No. 3.508.941, se disuelven dos o más polímeros diferentes en un compuesto cíclico de mono(N-metilamina-N-óxido) y se precipitan conjuntamente para producir un copolímero al azar. Se puede añadir a la solución, para reducir su viscosidad,

un diluyente tal como dimetilsulfóxido, N-metilpirrolidona o sulfolano. Como se indica en los ejemplos de dicha patente, solamente pueden prepararse soluciones de bajo contenido en sólidos cuando la celulosa es uno de los compuestos usados en la preparación de la solución.

5
10
15
20
25
30

Constituye un objeto de esta invención proporcionar un proceso para producir un producto sólido adaptado para ser calentado para preparar una solución de celulosa en un óxido de amina terciaria. Otro objeto de la invención es proporcionar un producto celulósico granular en trozos o similares que puede calentarse solo para formar una solución de celulosa en un óxido de amina que resulta adecuada para conformar y coagular la celulosa. Otro objeto de la invención es proporcionar un proceso para producir una mezcla de celulosa y óxido de amina que puede ser triturada, almacenada y tratada de otro modo como un material sólido y que puede calentarse posteriormente para convertir la mezcla en una solución de celulosa en un óxido de amina terciaria adaptada para conformarse por extrusión o hilatura. Un objeto más específico de la invención es proporcionar un producto celulósico que puede ser convertido en una solución de celulosa en un óxido de amina terciaria que tiene un contenido en sólidos mayor que las soluciones de óxido de aminas de la técnica anterior anteriormente explicada. Un objeto aun más específico de la invención es proporcionar un precursor de una solución de celulosa en un óxido de amina, que es sólido a temperatura ambiente pero que se convierte en una solución adaptada para extruirse o hilarse cuando se calienta a una temperatura superior a la ambiente.

Los anteriores objetos y otros se llevan a cabo

de acuerdo con esta invención, hablando en términos generales, proporcionando un proceso en el cual la celulosa se mezcla con un líquido de óxido de amina terciaria en tales proporciones y bajo condiciones de temperatura y presión en donde no se presentará una disolución sustancial de la celulosa en el ácido de amina, y la mezcla resultante se impregna a tal temperatura hasta que la celulosa absorbe óxido de amina y agua sin una disolución significativa y el exceso de agua, si es que existe, se separa de la celulosa saturada a una temperatura que es también inferior a aquella en la cual se presenta una disolución significativa de la celulosa en el óxido de amina.

Según una modalidad de la invención, la celulosa se mezcla con una solución líquida de una mezcla de óxido de amina terciaria/agua y con un no disolvente orgánico líquido para la celulosa, en tales proporciones y a una temperatura inferior a la cual se presentaría una disolución sustancial de la celulosa en la solución, y la suspensión resultante se empapa a dicha temperatura hasta que la celulosa absorbe la solución de óxido de amina terciaria-agua-no disolvente sin disolución significativa, separándose entonces el no disolvente de la mezcla a una temperatura que es también inferior a aquella en la cual se presentaría la disolución significativa de la celulosa en el óxido de amina. Parte del agua se puede separar con el no disolvente. En la modalidad en donde el exceso de agua se utiliza, en lugar del no disolvente orgánico, para disminuir la solubilidad de la celulosa en el óxido de amina, el exceso de agua se separa de la celulosa después de haberse absorbido suficiente cantidad de óxido de amina por la celulosa para la ulterior disolución completa. El producto sólido resultante se puede triturar tal como mediante molienda o corte para

formar fragmentos o trozos que son adecuados para su extrusión, hilado, moldeo o similares. Se pueden almacenar para una posterior conversión en una solución o pueden calentarse inmediatamente para formar una solución que se conforma ulteriormente.

5 La invención contempla de este modo un proceso para producir un precursor sólido de una solución de celulosa en un óxido de amina terciaria, que comprende suspender celulosa en una mezcla que es un no disolvente para la celulosa, a la temperatura de la suspensión, y que contiene un óxido de amina terciaria y agua con o sin un líquido orgánico que es miscible con el óxido de amina terciaria y que consiste en un no disolvente para la celulosa, hasta que la celulosa absorbe suficiente óxido de amina para la disolución completa de la celulosa posteriormente o cuando se caliente. Preferiblemente, la celulo-
10 sa se empapa en la mezcla de óxido de amina/agua o mezcla de óxido de amina/agua/no disolvente orgánico, durante 0,5 a 30 minutos aproximadamente, a una temperatura de 85 a 110°C aproximadamente, hasta que se ha absorbido suficiente cantidad de óxido de amina para proporcionar de 10 a 40% en peso aproximada-
15 mente de celulosa y 75-85% de mezcla de óxido de amina/agua en el precursor después de haberse separado el exceso de agua o el exceso de agua y no disolvente orgánico. La mezcla óxido de amina/agua absorbida por la celulosa contendrá de 99 a 70% en peso aproximadamente de óxido de amina siendo el resto agua.

25 El producto obtenido según la invención se puede emplear para producir un producto de celulosa conformado por calentamiento de la celulosa que contiene óxido de amina terciaria y agua, a una temperatura en la cual la celulosa se disuelve y separación del óxido de amina terciaria mientras se
30 conforma la solución.

El producto sólido producido por el proceso de la invención es celulosa que contiene óxido de amina y algo de agua que, cuando se calienta, se disolverá la celulosa.

5 Se ha encontrado que al suspender hojas o partículas de celulosa en un óxido de amina y agua, la celulosa absorberá suficiente óxido de amina para disolver la celulosa cuando la suspensión se calienta para formar una solución de elevado contenido en sólidos que tiene una viscosidad adecuada para hilatura. Mediante el control de la temperatura y de las
10 proporciones de la mezcla de óxido de amina/agua o de la mezcla de óxido de amina/no disolvente orgánico en la solución mezclada con la celulosa, la disolución de la celulosa en la solución se puede posponer hasta que se extruya o hile. Por consiguiente, la invención proporciona un método para producir una materia
15 prima que es completa por sí misma para la extrusión de película de celulosa en hilatura de fibras e hilos de celulosa.

El agua y el no disolvente orgánico mezclado con el óxido de amina promueve el hinchamiento de las fibras de celulosa facilitando así la absorción del óxido de amina. Esto
20 hace posible la producción de un precursor que, cuando se calienta, se convierte a una solución de mayor contenido en sólidos que las soluciones descritas en la técnica anterior. Si bien el agua solamente causará el hinchamiento de las fibras, el no disolvente orgánico facilita dicho hinchamiento de las
25 fibras y tiene la ventaja de proporcionar un vehículo que facilita la separación del exceso de agua después de haberse absorbido el óxido de amina.

Preferiblemente, la mezcla de óxido de amina y agua o la mezcla de óxido de amina/agua/no disolvente orgánico
30 se calienta a una temperatura de 50 a 140°C aproximadamente

antes de mezclarse con la celulosa, para promover la absorción uniforme de la mezcla líquida por la celulosa. La celulosa comienza a hincharse poco después de ponerse en contacto con la mezcla de óxido de amina/no disolvente/agua. La temperatura de la lechada durante dicha etapa de empapado o hinchamiento tiene un efecto significativo sobre el grado en el cual comienza a hincharse las fibras de celulosa. La temperatura óptima a utilizar es aquella que promueva un hinchamiento rápido y máximo y una temperatura a la cual el óxido de amina terciaria sea líquido. La temperatura debe ser también inferior al punto de ebullición del no disolvente orgánico, si es que existe, en la mezcla y por debajo de la temperatura de descomposición del óxido de amina terciaria.

El no disolvente orgánico puede separarse a cualquier temperatura a la cual no se disuelva la celulosa. Sin embargo, debe mantenerse una temperatura que permita una separación eficaz y rápida del disolvente bajo vacío. Con la mayoría de los no disolventes, la temperatura puede ser de 40 a 90°C aproximadamente durante la separación del no disolvente. El no disolvente se separa bajo vacío a una presión tan pequeña como de 0,01 mm de mercurio.

Como anteriormente se ha indicado, el producto obtenido por separación del agua y/o no disolvente orgánico, se puede transferir inmediatamente a una instalación adecuada para su conformado en un producto de celulosa regenerada en el caso de que sea un sólido seco, o bien puede secarse, enfriarse y almacenarse hasta una fecha posterior. Si el producto es blando y/o está mojado con óxido de amina, se puede secar a cualquier temperatura adecuada a la cual no se disuelva la celulosa.

Las proporciones relativas de celulosa, agua, óxido de amina y no disolvente orgánico líquido para la celulosa, que se mezclan entre sí, pueden variarse ampliamente en función de la composición deseada para el producto y en tanto en cuanto permanezca suficiente mezcla de óxido de amina-agua para disolver la celulosa después de haberse separado el no disolvente. Preferiblemente, la relación de fase líquida a celulosa en la lechada deberá ser tal que la celulosa llegue a saturarse, pero el exceso de fase líquida no debe ser tan grande que se requiera una separación innecesaria de grandes volúmenes de líquido.

El contenido en agua de la mezcla líquida de óxido de amina-agua u óxido de amina-agua-no disolvente orgánico, que se mezcla con la celulosa, deberá ser tan baja como sea posible al objeto de evitar la separación de grandes volúmenes de agua al final del proceso. Sin embargo, en la modalidad que utiliza un no disolvente orgánico, la relación del no disolvente orgánico y agua a la celulosa debe ser tal que la celulosa se hinche para promover la absorción de óxido de amina por la celulosa. Cuando el porcentaje en peso de celulosa en el producto ha de ser bajo (es decir 10 % aproximadamente), la relación de no disolvente más agua a la celulosa, al comienzo del proceso, debe ser aproximadamente de 2,5 partes o más en peso de no disolvente más agua por parte de celulosa. Cuando el producto (celulosa conteniendo óxido de amina) ha de contener un elevado porcentaje de celulosa, es decir 40 % en peso aproximadamente, la relación al comienzo del proceso debe ser superior a 0,25 partes en peso de no disolvente/agua por parte de celulosa e inferior a dos partes en peso aproximadamente de la mezcla no disolvente/agua por parte de celulosa.

Puesto que es preferible que el producto contenga de 10 a 40 % en peso de celulosa, se prefiere una relación de 0,25 a 2,5 ó más partes en peso de mezcla no disolvente/agua a celulosa.

5 El hinchado de la celulosa parece ser independiente de la relación de no disolvente a agua. Sin embargo, la relación debe ser tal que permanezca la deseada relación de óxido de amina/agua en la celulosa después de retirar el no disolvente. Para lograr los mejores resultados, el óxido de amina deberá contener de 10 a 40 % en peso aproximadamente
10 de agua y la cantidad de no disolvente en la lechada deberá ser de 15 a 80 % en peso aproximadamente basado en el peso de la mezcla óxido de amina/agua en la lechada.

Se obtienen los mejores resultados cuando el producto seco, después de separar el exceso de agua y/o el no disolvente orgánico, contiene de 10 a 35 % en peso aproximadamente de celulosa, 2 a 15 % en peso de agua y el resto, es decir 50-88 % aproximadamente, con preferencia 63-75 % en peso, de óxido de amina terciaria.

20 El producto sólido, después de retirar el no disolvente orgánico y después de haberse reducido el contenido en agua a 0-20 % en peso de agua aproximadamente, basado en el peso del producto, se puede calentar a una temperatura de, por ejemplo, 120°C o mayor, en donde la celulosa se disuelve por la mezcla de óxido de amina/agua sin adición de óxido de amina,
25 agua u otro material y la solución resultante se puede hilar o de otro modo conformar a un producto celulósico de utilidad.

En el proceso se puede emplear cualquier celulosa adecuada tal como, por ejemplo, borra de algodón o los diversos tipos de celulosa de madera, pero con preferencia se utiliza
30 una pulpa de madera de calidad rayón.

Puede emplearse cualquier óxido de amina adecuado que sea un disolvente para la celulosa y compatible con el agua y con el no disolvente líquido orgánico, en caso de que se emplee éste último, tal como, por ejemplo, los descritos en las patentes anteriormente mencionadas. Sin embargo, los óxidos de amina preferidos son los compuestos cíclicos de mono-(N-metilamina-N-óxido) tal como, por ejemplo, N-metilmorfolina-N-óxido, N-metilpiperidina-N-óxido, N-metilpirrolidina-N-óxido, óxido de dimetilciclohexilamina y similares.

Se puede utilizar cualquier no disolvente líquido orgánico aprótico adecuado para la celulosa que no reaccione químicamente con el óxido de amina o con la celulosa, tal como por ejemplo, un alcohol, tal como metanol, alcohol n-propílico, alcohol isopropílico, butanol y similares, tolueno, xileno, dimetilsulfóxido, dimetilformamida, dimetilacetamida o similares.

En los siguientes ejemplos, todas las partes y porcentajes se ofrecen en peso a menos que se diga lo contrario.

EJEMPLO 1

Se empapan unos 40 g de pulpa de madera de calidad de rayon, seca, conteniendo aproximadamente 5,6 % de agua, durante unos 60 minutos, en óxido de N-metilmorfolina conteniendo aproximadamente 10 % de agua. La pulpa de madera absorbe óxido de amina y agua con hinchamiento de las fibras. La pulpa de madera se separa del líquido sobrenadante y se enfria a temperatura ambiente durante unos 30 minutos. El producto resultante es un producto de celulosa duro, rompible, higroscópico que contiene aproximadamente 26,9 % de celulosa, 67,4 % de N-metilmorfolina y 5,2 % de agua.

EJEMPLO 2

Se empapan unos 200 g de hoja seca de pulpa de mader-
ra en un exceso de óxido de N-metilmorfolina conteniendo
aproximadamente 12,4 % de agua a unos 85-90°C, durante unos
5 15 minutos. La celulosa absorbe líquido y se hincha. El pro-
ducto de celulosa/óxido de amina después de enfriar a tempe-
ratura ambiente, es un material duro y cristalino que contiene
aproximadamente 23,8 % de celulosa, 64,4 % de N-metilmorfolina
y 11,8 % de agua.

EJEMPLO 3

Una hoja de pulpa de madera con un peso de unos
40 g, conteniendo 5,81 % de agua, se impregna en un exceso de
óxido de N-metilmorfolina conteniendo aproximadamente 13,1 %
de agua a unos 85°C, durante 5 minutos. La celulosa absorbe
15 líquido y se hincha llegando a ser transparente. La mezcla
se enfria durante unos 30 minutos a temperatura ambiente. El
producto es un material duro cristalino que puede disgregarse
o molerse. Contiene aproximadamente 73,5 % de óxido de amina,
12,5 % de agua y 13,5 % de celulosa.

EJEMPLO 4

Se impregnan unos 320 g de pulpa de madera en apro-
ximadamente 1.053 g de óxido de N-metilmorfolina conteniendo
aproximadamente 13,9 % de agua durante 5-8 minutos a 78-80°C,
hasta que el líquido es absorbido. La hoja se enfria y se man-
25 tiene a 25°C. El producto es un material duro y cristalino
después de 24 horas.

EJEMPLO 5

Se mezclan unos 2.083 g de óxido de N-metilmorfolina
conteniendo 37,1 % de agua, en un matraz de fondo redondo o
30 en un evaporador rotativo, con unos 583 ml de tolueno, con

agitación o rotación del evaporador. La mezcla se calienta a 80°C y se mezclan con la misma unos 500 g de pulpa de madera seca de calidad rayon y la suspensión se agita durante unos 10 minutos a presión atmosférica. La pulpa de madera absorbe solución de óxido de amina/agua/tolueno con hinchamiento. La temperatura se reduce a unos 60°C y el contenido del recipiente se coloca bajo vacío (aproximadamente 686 mm de mercurio) para separar el tolueno y agua del recipiente hasta que prácticamente se ha separado todo el tolueno y el contenido en agua del producto de celulosa/óxido de amina es de 28,7 % aproximadamente. El producto es una celulosa particulada blanda que contiene mezcla absorbida de óxido de amina-agua.

EJEMPLO 6

Se mezclan unos 955 g de óxido de N-metilmorfolina conteniendo aproximadamente 37,2 % de agua, en un evaporador, con unos 600 ml de alcohol metílico con agitación y calentamiento a unos 60°C. A la mezcla se añaden unos 200 g de pulpa de madera seca y el evaporador se hace girar a 40 rpm durante unos 10 minutos. La celulosa absorbe líquido y se hincha. La fase líquida se separa bajo vacío hasta que se recupera todo el metanol. El producto de celulosa/óxido de amina contiene entonces 13 % de agua aproximadamente.

EJEMPLO 7

Unos 332 g de óxido de N-metilmorfolina, conteniendo 26,58 % de agua aproximadamente, se calientan a unos 85°C y se coloca en un matraz adecuado. Con el óxido de amina se mezclan unos 400 ml de tolueno y unos 200 g de pulpa de madera de huesos seca y se agita durante 10 minutos aproximadamente. La celulosa absorbe líquido y se hincha. La mezcla se enfría a unos 80°C y el matraz se evacua hasta que se retira todo el tolueno. El

contenido en agua de la mezcla de celulosa/óxido de amina, después de separar el tolueno, es de 16,45 % aproximadamente.

Se añaden unos 400 ml de tolueno al contenido del matraz a 80°C y se repite la evaporación bajo vacío hasta separar el tolueno. El contenido en agua del producto de celulosa/óxido de amina es entonces del 13 % aproximadamente.

EJEMPLO 8

Se mezclan unos 1.600 g de óxido de N-metilmorfolina conteniendo 25 % de agua, con 400 ml de tolueno y se calienta la mezcla a una temperatura de unos 80°C en un evaporador. Se añaden unos 400 g de pulpa de madera de huesos seca y el evaporador se hace girar durante 10 minutos a 40 rpm aproximadamente. Se aplica un vacío al producto en un matraz para reducir la presión a 673 mm de mercurio durante 25 minutos aproximadamente con separación del tolueno. El contenido medio en agua del producto de celulosa saturado con óxido de amina es de 13,7 % aproximadamente.

EJEMPLO 9

Se mezclan unos 952 g de óxido de N-metilmorfolina conteniendo 37 % de agua con unos 200 ml de alcohol isopropílico (IPA) y la mezcla se calienta a 80°C en un evaporador rotativo.

A la solución de óxido de amina/agua/IPA se añaden unos 200 g de pulpa de madera secada a un contenido en humedad del 6 % aproximadamente y la mezcla se calienta a unos 80°C durante unos 10 minutos, mientras se hace girar el evaporador. Al contenido del evaporador se le añaden 400 ml más de IPA, a 80°C, y se aplica un vacío para reducir la presión a 686 mm de mercurio, hasta que se separa el IPA y deja de separarse más agua. La celulosa conteniendo óxido

de amina/agua se coloca en un horno de vacio a 50°C y a 686 mm de mercurio, durante 4 días. Tras su enfriamiento, el producto celulósico endurece y se corta en trozos de 3 mm³ aproximadamente.

5

EJEMPLO 10

Se repite el procedimiento del ejemplo 9 excepto que se usan 800 g de óxido de N-metilmorfolina conteniendo aproximadamente 25 % de agua, 200 g de pulpa de madera y 2 volúmenes de 400 ml de alcohol isopropílico.

10

EJEMPLO 11

Se mezclan unos 1.070 g de óxido de N-metilmorfolina conteniendo 25,27 % de agua aproximadamente con unos 200 ml de alcohol isopropílico y se calienta a 80°C. A la mezcla resultante se añaden unos 200 g de pulpa de madera y la suspensión se empapa hasta que se hincha la pulpa de madera. Se añaden unos 400 ml de alcohol isopropílico y después de 10 minutos se separa el alcohol isopropílico y el agua bajo vacio a 55°C y 686 mm de mercurio.

15

EJEMPLO 12

En un matraz evaporador se coloca unos 2.175 g de una solución conteniendo 49,4 % de óxido de N-metilmorfolina, 42,45 % de alcohol metílico y 9,5 % de agua (aproximadamente 14,16 % de agua basado en el peso de óxido de amina y agua en la solución) y se calienta a unos 80°C. A la solución se añaden unos 300 g de trozos de pulpa de madera con una dimensión media de partícula de aproximadamente 1 cm². Se separa el líquido bajo vacio de la mezcla hasta que se ha separado todo el alcohol metílico. En éste momento, el contenido en agua es de 12,7 % en peso aproximadamente y la celulosa ha hinchado.

20

25

30

Después de 7 días de almacenamiento del producto en un horno de vacío a 50°C, el producto consiste aproximadamente en 19,5 % en peso de celulosa y 14,7 % de agua. Después de tres días más de almacenamiento a temperatura ambiente, el producto se ha convertido en duro y cristalino.

EJEMPLO 13

En un matraz de 22 litros se colocan unos 587 g de óxido de dimetiletanolamina-agua conteniendo aproximadamente 14,86 % en peso de agua. Se añaden al matraz unos 41 g de agua y unos 500 ml (395 g) de metanol y el contenido del matraz se calienta a unos 80°C. El líquido del matraz está compuesto de aproximadamente 500 g de óxido de dimetiletanolamina, 128,5 g de agua y 395 g de metanol. Aproximadamente 97,6 g de hoja de pulpa de madera V68 se cortan en cuadrados de aproximadamente 4,76 mm y se añaden al matraz. La proporción en el matraz es de aproximadamente 5 partes en peso de mezcla de agua y metanol por parte de celulosa.

La lechada se hace girar en un evaporador rotativo durante 15 minutos aproximadamente, en cuyo tiempo las fibras de celulosa se hinchan. Se aplica un vacío al matraz para reducir la presión a 686 mm de mercurio y la lechada se enfría a unos 65°C. Transcurrida una hora, el metanol se separa por destilación para producir trozos de celulosa impregnados con óxido de amina. Los trozos contienen aproximadamente 16 % en peso de agua y se seca a unos 65°C aproximadamente bajo vacío, a 711 mm de mercurio absolutos, durante 68 horas. Los trozos se enfrían a temperatura ambiente y consisten en un producto en trozos de celulosa dura conteniendo aproximadamente 10 % en peso de agua.

EJEMPLO 14

Se añaden 67,5 g de pulpa de celulosa a un matraz que contiene 383,46 g de monohidrato de óxido de dimetilciclohexilamina, 116,82 g de agua y 49,7 g de metanol. El contenido del matraz se calienta a unos 60°C durante 10 minutos en cuyo tiempo las fibras de celulosa absorben la solución líquida y se hincha. Se aplica entonces un vacío al matraz, a unos 584-635 mm de mercurio, durante unos 60 minutos aproximadamente, a 80°C, para separar una gran parte del metanol.

La celulosa impregnada se seca entonces en un horno de vacío a 60°C, durante 80 horas, bajo un vacío de 635 mm de mercurio, para separar cualquier metanol restante y exceso de agua, y producir un producto sólido seco de celulosa impregnado con el óxido de amina.

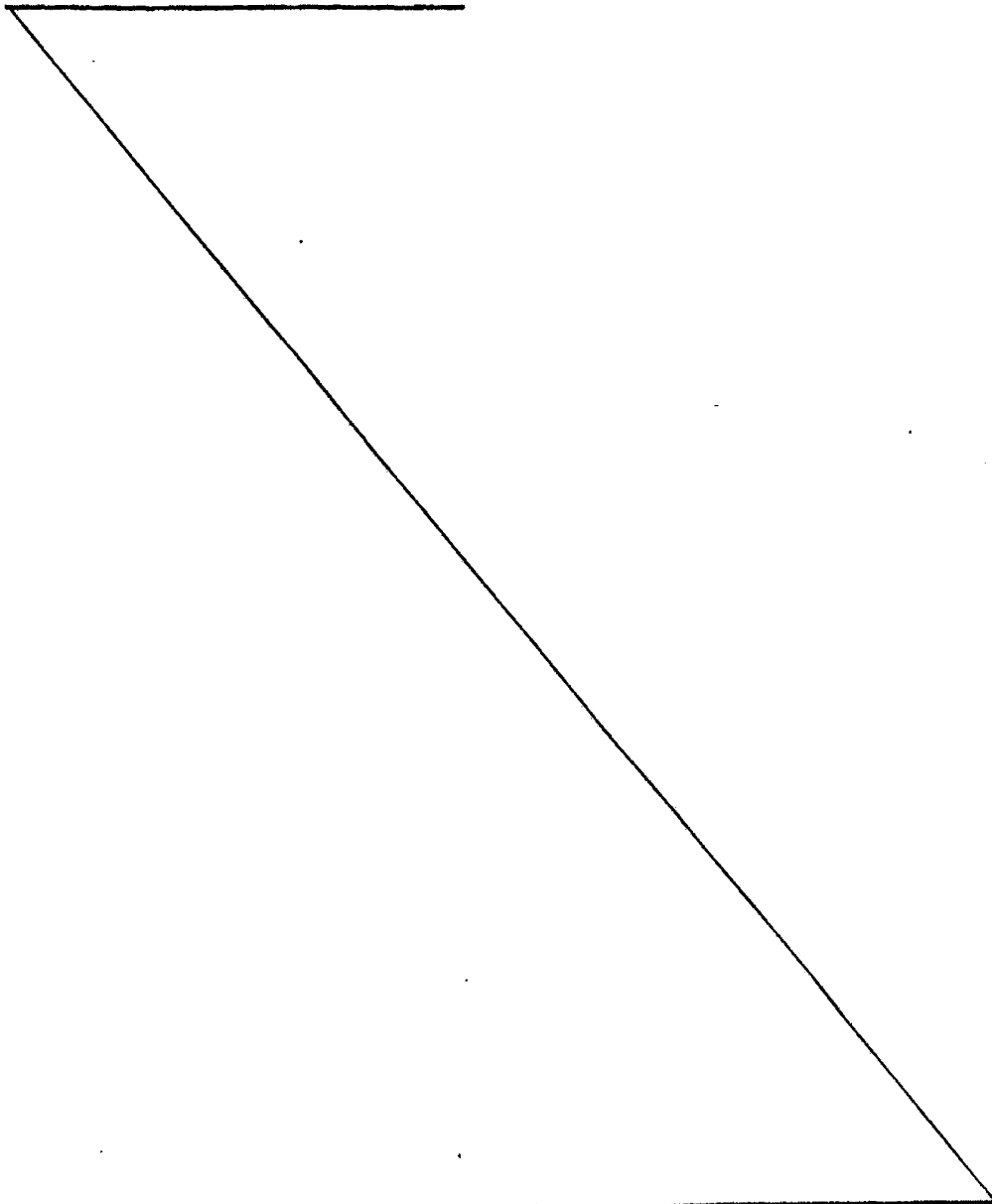
Los trozos secos se enfrían a temperatura ambiente, observándose que consisten en trozos de celulosa dura conteniendo teóricamente 7,7 % de agua y 2,9 % de metanol. Se añade una muestra de 100 g de los trozos secos a un mezclador, a 90-95°C, durante 70 minutos, para mezclar y disolver totalmente la celulosa en el óxido de amina, para su extrusión a películas, filamentos o fibras.

En cada uno de los ejemplos anteriores, la celulosa absorbe al óxido de amina sin disolución.

El óxido de amina usado en la realización de la invención puede prepararse oxidando la amina tal y como se describe en las patentes USA Nos. 3.333.000, 3.447.939 ó según otro proceso adecuado. Por conveniencia, el óxido de amina se ha denominado en ésta memoria como simplemente

"óxido de amina" pero debe entenderse que el óxido de amina es siempre un óxido de amina terciaria.

5 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para producir un precursor de una solución de celulosa en un óxido de amina terciaria, caracterizado porque comprende suspender celulosa en un óxido de amina conteniendo agua, hasta que el óxido de amina es absorbido por la celulosa, a una temperatura a la cual no se disuelve la celulosa, para proporcionar un producto sólido de celulosa que contiene óxido de amina absorbido, el cual, tras el calentamiento, se convierte en una solución de celulosa.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho producto se tritura para formar trozos de celulosa aptos para alimentarse a un extruder.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el óxido de amina es óxido de N-metilmorfolina.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el producto contiene de 50 a 90% en peso aproximadamente de óxido de amina terciaria, de 0 a 20% en peso de agua y de 10 a 40% en peso aproximadamente de celulosa.

20 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la celulosa se suspende en la mezcla a una temperatura de 85 a 110°C aproximadamente.

25 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la celulosa se suspende en una mezcla que contiene un óxido de amina, agua y un líquido orgánico que no es reactivo químicamente pero que es miscible con el óxido de amina y agua y que consiste en un no-disolvente para la celulosa, hasta que el líquido es absorbido por la celulosa, siendo dicha mezcla un no-disolvente para la celulosa a la temperatura
30 a la cual la celulosa se suspende en la misma, y a continuación

se separa el no-disolvente para proporcionar un producto sólido de celulosa que contiene óxido de amina y agua absorbidos, el cual, tras el calentamiento, se convierte en una solución de celulosa.

5 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el no-disolvente y el agua se separan hasta que el producto consiste en celulosa y óxido de amina absorbido conteniendo agua.

10 8.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el no-disolvente y el agua se separan hasta que el producto de celulosa-óxido de amina contiene de 0 a 20% en peso aproximadamente de agua.

15 9.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la celulosa se suspende en la mezcla a una temperatura de 50 a 140°C aproximadamente y el no-disolvente se separa bajo vacío a una temperatura de 40 a 90°C aproximadamente.

20 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque la presión sobre la suspensión de celulosa en dicha mezcla se reduce bajo vacío a 686 mm Hg o inferior.

25 11.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la relación de dicha mezcla a celulosa cuando se combina con la celulosa es de 0,25 a 2,5 partes en peso aproximadamente de mezcla por parte en peso de celulosa y la relación de óxido de amina y agua a la celulosa es de 1,5 a 9 partes en peso aproximadamente de óxido de amina y agua por parte en peso de celulosa después de separar el no-disolvente.

30 12.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el óxido de amina es un óxido de amina



terciaria.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el óxido de amina es óxido de N-metilmorfolina.

5 14.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el producto contiene de 50 a 90% en peso aproximadamente de óxido de amina terciaria, de 0 a 20% en peso de agua y de 10 a 40% en peso aproximadamente de celulosa.

10 15.- Procedimiento para producir un precursor de una solución de celulosa en un óxido de amina terciaria, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 26 JUL 1978

AKZONA INCORPORATED

J. M. GOMEZ ACEBO Y COMBO
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz

