

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 622 567**

51 Int. Cl.:

D01F 2/06 (2006.01)

D01F 2/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.12.2013 PCT/EP2013/075575**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.06.2014 WO14086883**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2013 E 13801568 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.02.2017 EP 2929071**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un cuerpo moldeado celulósico**

30 Prioridad:

06.12.2012 AT 505642012

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

06.07.2017

73 Titular/es:

**LENZING AKTIENGESELLSCHAFT (100.0%)
Werkstrasse 2
4860 Lenzing, AT**

72 Inventor/es:

**SCHILD, GABRIELE;
BORGARDS, ANDREA y
SIXTA, HERBERT**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 622 567 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de un cuerpo moldeado celulósico

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de cuerpos moldeados celulósicos según el procedimiento de la viscosa.

5 En particular, la invención se refiere a la producción de fibras y filamentos.

La producción de fibras de viscosa según el procedimiento de la viscosa comprende las siguientes etapas

- alcalizar un material de partida de celulosa, en particular pasta (masa macerada, masa madurada)
- convertir el material de partida de celulosa alcalinado ("celulosa alcalina") en xantogenato de celulosa
- disolver el xantogenato de celulosa con álcali, obteniéndose la denominada viscosa como masa para hilar
- 10 • dado el caso añadir agentes modificadores a la viscosa para la producción de masa para hilar para fibras de modal
- hilar la viscosa para dar cuerpos moldeados sin fin
- regenerar la celulosa en un baño de precipitación a partir de los cuerpos moldeados sin fin
- tratar posteriormente así como secar

15 • dado el caso cortar los cuerpos moldeados sin fin para dar fibras cortadas.

Las fibras producidas con este procedimiento se conocen con el término genérico de fibras de viscosa (convencional) y fibras de modal. El procedimiento del modal se diferencia del procedimiento de la viscosa convencional por una composición modificada de la masa para hilar, agentes modificadores adicionales en la masa para hilar y una composición del baño de hilatura modificada.

20 La pasta utilizada en el procedimiento de la viscosa tiene que cumplir determinados criterios, para posibilitar calidades de fibra correspondientes.

La pasta utilizada en el procedimiento de la viscosa tiene un contenido en alfa-celulosa de más del 90% y presenta solo porcentajes reducidos de compuestos secundarios, tales como xilano y otras hemicelulosas (tal como por ejemplo manano). Estos compuestos se degradan y se eliminan por disolución en su mayor parte durante la

25 alcalización de la pasta al inicio del procedimiento de la viscosa (figura 1). Las hemicelulosas que quedan en la pasta se despolimerizan en la masa madurada junto con la celulosa y tienen por tanto un peso molecular promedio mucho menor que en la pasta de partida. Esto es válido tanto para la utilización de pastas químicas como para la utilización de pastas de papel.

30 En la figura 2 se explica el peso molecular claramente menor de las hemicelulosas, que se incorporan con la pasta en el procedimiento de la viscosa y entonces experimentan la degradación en masa macerada y masa madurada. A diferencia de esto, se representan las distribuciones de masas molares de hemicelulosas, que se extrajeron de una pasta de papel de madera de coníferas y una de madera de frondosas sin degradación.

35 El documento WO 95/00698 describe un procedimiento, en el que durante la producción de pasta Kraft en primer lugar se retira un porcentaje considerable de hemicelulosa de la corriente de producción y en una etapa posterior se deposita de nuevo en la pasta.

Por el documento US 7.390.566 B2 así como por el documento WO 2007/128026 se conoce el uso de pasta con un porcentaje de xilano relativamente alto para la producción de fibras de viscosa. El uso de pasta rica en hemicelulosa para la producción de fibras de Lyocell se conoce por el documento WO 99/47733 A1 así como por el documento WO 01/88236 A2.

40 El documento WO 2005/118950 describe la separación de beta-celulosa de una lejía que se produce mediante prensado tras una extracción alcalina en frío o en caliente (CCE, HCE) de una pasta.

Sigue existiendo la necesidad de aumentar el rendimiento del procedimiento de la viscosa con una calidad constante de los productos finales. Existe además la necesidad de poner a disposición fibras de viscosa novedosas con propiedades modificadas, en particular una capacidad de absorción aumentada.

45 El objetivo de la presente invención se alcanza en un aspecto mediante un procedimiento para la producción de un cuerpo moldeado celulósico según el procedimiento de la viscosa mediante la conformación de una masa para hilar que contiene xantogenato de celulosa, que se caracteriza porque al xantogenato de celulosa se le añade xilano en un porcentaje de al menos el 1% en peso, con respecto a celulosa, preferiblemente del 1% en peso al 20% en peso, de manera especialmente preferible del 3% en peso al 15% en peso.

En un aspecto adicional la invención se refiere a un cuerpo moldeado celulósico obtenido según el procedimiento de la viscosa con un porcentaje de xilano de alto peso molecular con un grado de polimerización (DP) promedio de desde 75 hasta 350, preferiblemente de 110 a 220, de al menos el 0,5% en peso con respecto a celulosa, preferiblemente del 2% en peso al 8% en peso.

5 Breve descripción de las figuras

La figura 1 muestra la degradación en componentes de bajo peso molecular en el procedimiento de la viscosa.

La figura 2 muestra las distribuciones de masas molares de hemicelulosas de alto peso molecular a partir de pastas así como de hemicelulosa degradada a partir de la masa macerada en el procedimiento de la viscosa.

10 La figura 3 muestra resistencias de fibra de fibras de viscosa con un contenido aumentado de xilano de alto peso molecular en comparación con una fibra convencional sin adición de xilano adicional.

La figura 4 muestra el desarrollo de la capacidad de retención de agua (CRA) de fibras de viscosa mediante la adición de xilano de alto peso molecular en la lejía de disolución.

15 La figura 5 muestra la distribución de masas molares de xilano precipitado tras un tratamiento CCE de una pasa Kraft de eucalipto y la distribución de masas molares de una fibra de viscosa tras la adición de este xilano de alto peso molecular.

La figura 6 muestra la distribución de masas molares de una fibra de viscosa con un porcentaje del 4,8% de xilano de alto peso molecular y su distribución de masas molares tras la eliminación computacional del porcentaje de xilano de alto peso molecular.

Descripción detallada de la invención

20 Mientras no se indique lo contrario, los datos en tantos por ciento significan a continuación en cada caso datos en tanto por ciento en peso.

Se encontró sorprendentemente que con una adición de xilano al xantogenato de celulosa en el procedimiento de la viscosa puede conseguirse un aumento del rendimiento de producción con propiedades constantes o incluso mejoradas de los cuerpos moldeados de celulosa resultantes.

25 A diferencia del estado de la técnica, en el que los xilanos contenidos en la pasta se eliminan por disolución en su mayor parte durante la alcalinización de la pasta y se producen como producto de desecho, según la invención se añade el xilano al xantogenato de celulosa. En las etapas siguientes del procedimiento de la viscosa (hilatura, regeneración, etc.) ya no tiene lugar ninguna degradación o eliminación por disolución sustancial del xilano, de modo que este se conserva en su mayor parte en el cuerpo moldeado generado.

30 Preferiblemente, según la invención el xilano se añade en forma de una disolución alcalina. La disolución alcalina puede presentar una proporción de xilano de desde 1 hasta 60 g/l.

En particular el xilano puede añadirse al xantogenato de celulosa como componente de una lejía de disolución alcalina.

35 Durante la disolución del xantogenato de celulosa para la producción de la disolución de hilatura se utiliza tal como se conoce una lejía de disolución alcalina. En esta puede estar contenido según la forma de realización preferida de la presente invención el xilano que va a añadirse.

De manera especialmente preferible, el xilano procede de una lejía de prensado que se produce durante el prensado de pasta alcalinizada al inicio del procedimiento de la viscosa. En particular, al xantogenato de celulosa se le puede añadir la lejía de prensado que se produce durante el prensado de pasta alcalinizada.

40 Como se mencionó al principio, al inicio del procedimiento de la viscosa se alcaliniza la pasta. Durante el prensado de la pasta alcalinizada se produce una lejía de prensado alcalina, que contiene un alto porcentaje de xilano eliminado por disolución de la pasta mediante alcalinización.

45 Si se utiliza ahora esta lejía de prensado como lejía de disolución para disolver el xantogenato de celulosa, entonces se suministra el xilano eliminado previamente por disolución de la pasta de nuevo al procedimiento y se aumenta por consiguiente su rendimiento.

50 Este xilano tiene un peso molecular relativamente bajo. El experto en la técnica esperaría que una adición de xilano de bajo peso molecular tuviese una influencia negativa sobre las propiedades de resistencia de la fibra resultante. Sin embargo, se ha demostrado que la adición de xilano de bajo peso molecular no influye negativamente en la resistencia de las fibras y por consiguiente es posible un aumento del rendimiento con propiedades de resistencia constantes.

Según una forma de realización especialmente preferida del procedimiento según la invención, al menos una parte del xilano añadido es un xilano de alto peso molecular con un grado de polimerización (DP) promedio de desde 75 hasta 350, preferiblemente de 110 a 220.

5 Como ya se ha comentado, el xilano procedente en la forma de realización descrita anteriormente de la lejía de prensado de la alcalinización de la pasta en el procedimiento de la viscosa es debido a la degradación durante la alcalinización comparativamente de bajo peso molecular (véase la figura 2). Se ha demostrado que fibras de viscosa, que se obtienen mediante la adición de tal xilano de bajo peso molecular, en cuanto a sus propiedades como por ejemplo resistencia y extensión no quedan por detrás de las fibras de viscosa convencionales.

10 Sorprendentemente se ha demostrado que durante la adición de xilano de alto peso molecular al xantogenato de celulosa se obtienen como resultado valores de resistencia comparables y adicionalmente una capacidad de retención de agua aumentada así como una estabilidad mejorada del xilano contenido con respecto a etapas de procedimiento adicionales.

A este respecto, el xilano de alto peso molecular también se añade en un porcentaje de desde el 1% hasta el 20%, preferiblemente del 3% al 15%, con respecto a celulosa.

15 El xilano de alto peso molecular puede proceder preferiblemente de una corriente de sustancia rica en hemicelulosa que se produce en el transcurso de una etapa de extracción durante la producción de una pasta.

20 Se conocen procedimientos para la extracción de pastas en el transcurso de su producción, como por ejemplo una extracción previa alcalina directamente de las virutas de madera antes de una disgregación de la madera o una extracción alcalina en frío (CCE). También se presentan en la bibliografía procedimientos no alcalinos para la extracción con agentes complejantes tales como por ejemplo nitrenos o disolventes orgánicos tal como por ejemplo DMSO. A diferencia de la alcalinización de la pasta (terminada) al inicio del procedimiento de la viscosa, en estos procedimientos de extracción el xilano se elimina por disolución de la pasta, pero no se degrada sustancialmente.

25 Si la lejía de prensado obtenida mediante el prensado de la pasta tras la extracción se concentra mediante procedimientos correspondientes, por ejemplo filtración mediante membrana tal como en el documento WO 2005/118050, entonces se genera a este respecto una corriente de sustancia con un alto porcentaje de xilano de alto peso molecular. Esta lejía puede añadirse por ejemplo de nuevo directamente como lejía de disolución o como parte de la misma al xantogenato de celulosa.

30 Esto significa en particular en una unidad de viscosa integrada, en la que se produce la pasta de partida para el propio procedimiento de la viscosa, un aumento del rendimiento, porque el xilano, que de lo contrario se produciría como corriente de desecho, se suministra de nuevo al procedimiento.

La presente invención se refiere también a un cuerpo moldeado celulósico obtenido según el procedimiento de la viscosa con un porcentaje de xilano de alto peso molecular con un grado de polimerización (DP) promedio de desde 75 hasta 350, preferiblemente de 110 a 220, de al menos el 0,5% con respecto a celulosa, preferiblemente del 2% al 8%.

35 El cuerpo moldeado según la invención es nuevo, dado que (sin la adición prevista según la invención de xilano de alto peso molecular al xantogenato de celulosa) en el procedimiento de la viscosa convencional debido a la degradación así como la eliminación por disolución de xilano ya no está contenido nada de xilano de alto peso molecular en el cuerpo moldeado generado.

40 El cuerpo moldeado celulósico según la invención se encuentra preferiblemente en forma de una fibra, por ejemplo fibra cortada o fibra filamentososa.

La invención se refiere también al uso del cuerpo moldeado celulósico según la invención en productos con poder absorbente.

Ejemplos

La invención se explicará más detalladamente mediante los siguientes ejemplos:

45 Hasta la producción del xantogenato de celulosa, el procedimiento de producción sigue el procedimiento de la viscosa convencional. Según la invención, como lejía de disolución se utiliza una lejía pura, que se enriqueció con xilano o una lejía que ya contiene xilano.

La lejía puede contener xilanos de bajo peso molecular y/o de alto peso molecular.

50 Cuando se utiliza una lejía con xilanos únicamente de bajo peso molecular, la lejía puede añadirse conjuntamente con un agua de disolución usada dado el caso igualmente.

En el caso de una lejía con xilanos de alto peso molecular, para evitar una precipitación de los xilanos, esta debería añadirse en primer lugar al xantogenato de celulosa y tener lugar por separado una posible adición de agua de

disolución.

En los siguientes ejemplos 2 a 6 se utilizó una lejía que contiene xilanos de alto peso molecular.

5 Para la obtención de la lejía rica en xilano de alto peso molecular usada en estos ejemplos se trató una pasta de papel de madera de eucalipto, que se produjo según el procedimiento Kraft, 30 min con NaOH 90 g/l a una densidad de sustancia del 10%. La lejía que se produjo se utilizó sin alteración y tras un proceso de enriquecimiento por ejemplo por medio de filtración mediante membrana, como lejía de disolución.

La lejía de disolución contenía entre 1 y 66 g/l de xilano disuelto. El xilano se vertió tras la xantogenización con la lejía de disolución alcalina al xantogenato y se mezcló de manera homogénea. El xilano presentaba la siguiente distribución de pesos moleculares:

| | Mw | Mn | PDI | DP |
|--------|--------|--------|-----|-----|
| | kg/mol | kg/mol | | |
| xilano | 22 | 13 | 1,7 | 167 |

10 Tabla 1: Peso molecular del xilano utilizado de una lejía CCE

En la figura 2 se representa la distribución de pesos moleculares de xilano de alto peso molecular, tal como se produce a partir de una lejía CCE de pastas de madera de coníferas o madera de frondosas. Puede reconocerse claramente que el xilano, que se obtiene tras la aplicación de una etapa CCE, presenta un peso molecular mucho mayor que el xilano ya degradado en la masa macerada del procedimiento de la viscosa.

15 El xilano se añadió al xantogenato a partir de una pasta al sulfito de haya convencional y por tanto no está presente durante la sulfuración, sino no hasta la etapa de procedimiento siguiente, la disolución del xantogenato. Por consiguiente, el xilano no está xantogenado, sino disuelto en NaOH. Las fibras se hilan en el laboratorio. Se produjeron así fibras con un contenido claramente mayor de xilano (véase la tabla 2 más adelante).

Ejemplo 1 (ejemplo comparativo):

20 Se mezcló una pasta (pasta al sulfito de haya) con NaOH aproximadamente al 18%, se prensó y se sometió a maduración a aproximadamente 34°C a lo largo de 19 horas. Se produjo una masa para hilar con la composición básica del 32% de CS₂, del 8,6 al 8,9% de celulosa y del 5,2 al 5,6% de álcali. Se repitió el ensayo con la misma distribución (ejemplos 1-1 ó 1-2).

25 La lejía de disolución contenía un 0% de xilano. La masa para hilar así obtenida se hiló de la manera convencional para dar fibras con las propiedades mostradas en la tabla 2, ejemplo 1. El xilano (de bajo peso molecular) presente en las fibras del 0,6 o del 0,7% procede de la pasta utilizada.

Ejemplo 2

30 A un xantogenato según el ejemplo 1 se le añadió una lejía de disolución con 8,5 g/l de xilano de alto peso molecular. La masa para hilar así obtenida se hiló para dar fibras con las propiedades mostradas en la tabla 2, ejemplo 2. La absorción de xilano ascendió al 63% del xilano de alto peso molecular presente en la lejía de disolución, lo que corresponde a un porcentaje de xilano de alto peso molecular del 0,7% con respecto a la fibra.

Ejemplo 3

35 A un xantogenato según el ejemplo 1 se le añadió una lejía de disolución con 22,0 g/l de xilano de alto peso molecular. La masa para hilar así obtenida se hiló para dar fibras con las propiedades mostradas en la tabla 2, ejemplo 3. La absorción de xilano ascendió al 79,2% del xilano de alto peso molecular presente en la lejía de disolución, lo que corresponde a un porcentaje de xilano de alto peso molecular del 2,7% con respecto a la fibra.

Ejemplo 4

40 A un xantogenato según el ejemplo 1 se le añadió una lejía de disolución con 39,0 g/l de xilano de alto peso molecular. La masa para hilar así obtenida se hiló para dar fibras con las propiedades mostradas en la tabla 2, ejemplo 4. La absorción de xilano ascendió al 77,2% del xilano de alto peso molecular presente en la lejía de disolución, lo que corresponde a un porcentaje de xilano de alto peso molecular del 4,8% con respecto a la fibra.

45 Para determinar el xilano de alto peso molecular en la fibra se determinaron las distribuciones de masas molares de la fibra enriquecida en xilano y del xilano CCE utilizado por medio de cromatografía de exclusión molecular (figura 5). En la zona del pico de xilano puede reconocerse claramente un resalte en la fibra, que permite deducir un enriquecimiento del xilano añadido en la fibra. Cuando este porcentaje de xilano se resta computacionalmente, se obtiene una curva de una fibra de viscosa convencional, que se representa en la figura 6. A este respecto, el

contenido de xilano indicado en las figuras 5 y 6 del 5,5% se refiere al contenido total de xilano en la fibra (es decir xilano de la pasta utilizada más el xilano de alto peso molecular añadido).

Ejemplo 5

5 A un xantogenato según el ejemplo 1 se le añadió una lejía de disolución con 31,7 g/l de xilano. La masa para hilar así obtenida se hiló para dar fibras con las propiedades mostradas en la tabla 2, ejemplo 5. La absorción de xilano ascendió al 60,2% del xilano de alto peso molecular presente en la lejía de disolución, lo que corresponde a un porcentaje de xilano de alto peso molecular del 6,9% con respecto a la fibra.

Ejemplo 6

10 A un xantogenato según el ejemplo 1 se le añadió una lejía de disolución con 66,3 g/l de xilano. La masa para hilar así obtenida se hiló para dar fibras. La absorción de xilano ascendió al 54,4% del xilano de alto peso molecular presente en la lejía de disolución, lo que corresponde a un porcentaje de xilano de alto peso molecular del 10,0% con respecto a la fibra.

15 En este ejemplo se añadió la lejía de disolución que contiene el xilano al xantogenato de celulosa junto con agua de disolución. Evidentemente condicionado por esto se produjo una precipitación parcial del xilano en la masa para hilar, de modo que la calidad de la disolución de hilatura (valor de filtro, etc.) así como la de las fibras hiladas se quedó por detrás de la de los ejemplos 2 a 5.

Ejemplo 7 (ejemplo comparativo)

20 En una instalación piloto se utilizó la misma pasta al sulfito de haya para la producción de fibras de viscosa. Tras la maceración de la pasta se obtuvo mediante prensado una lejía de prensado enriquecida con xilano de bajo peso molecular. Esta lejía se sometió a una nanofiltración. El permeado de la nanofiltración, que sólo presenta un contenido reducido de xilano de bajo peso molecular, se usó a continuación como lejía de disolución en la instalación piloto.

25 Debido a la cantidad reducida por ello del 0,38% de xilano con respecto a celulosa en la masa para hilar y su bajo peso molecular no precipitó xilano adicional sobre la fibra de viscosa. El contenido en xilano de la fibra hilada ascendía al 0,5%. Este xilano procede de la pasta utilizada.

Ejemplo 8

En una instalación piloto se utilizó la misma pasta al sulfito de haya para la producción de fibras de viscosa. Como lejía de disolución se utilizó el retenido rico en xilano de bajo peso molecular de la nanofiltración descrita en el ejemplo 7.

30 La cantidad de xilano en la masa para hilar ascendía al 5,67% con respecto a celulosa. De este se hiló el 30,0% en la fibra. Se obtuvo una fibra con el 2,2% de xilano.

Métodos de prueba

Determinación del azúcar en la fibra:

35 Tras una hidrólisis total de dos etapas con ácido sulfúrico H₂SO₄ se determinaron los monómeros de azúcar por medio de cromatografía de intercambio aniónico (AEC) con un detector amperométrico pulsado (PAD). El método se describió en la siguiente publicación: Sixta H, Schelosky N, Milacher W, Baldinger T, Röder T (2001) Characterization of alkali-soluble pulp fractions by chromatography. Proceedings of the 11th ISWPC, Niza, Francia: 655-658.

Determinación de la distribución de pesos moleculares en la fibra:

40 La distribución de pesos moleculares en las fibras se determinó por medio de cromatografía de exclusión molecular (SEC). Se disolvieron las muestras en DMAc-LiCl (dimetilacetamida/cloruro de litio). Se usó un detector de MALLS (*multi-angle laser light scattering*, dispersión de luz láser de ángulo múltiple). Se publicaron detalles adicionales por parte de Schelosky N, Röder T, Baldinger T (1999), *Molmassenverteilung cellulosischer Produkte mittels Größenausschlusschromatographie in DMAc/LiCl*, Das Papier 53, 12:728-738.

45 Determinación de la distribución de pesos moleculares del xilano de alto peso molecular añadido:

Se precipitó el xilano a partir de la lejía CCE en condiciones ácidas, de manera análoga al método convencional Tappi T 203 om-93: 1993 para la determinación de la fracción beta y gamma. A continuación se continuó como para la determinación de la distribución de pesos moleculares de fibras con el método SEC.

Lista de abreviaturas:

50 CCE *cold caustic extraction*, refinado alcalino en frío

- CS₂ disulfuro de carbono
- DP *degree of polymerization*, grado de polimerización
- MW peso molecular
- Mw peso molecular promedio en peso
- 5 Mn peso molecular promedio en número
- SEC *size exclusion chromatography*, cromatografía de exclusión molecular
- CRA capacidad de retención de agua
- PDI índice de polidispersidad Mw/Mn

10 Las propiedades de las masas de hilatura de viscosa obtenidas en cada caso así como de las fibras obtenidas según los ejemplos 2 a 5 se resumen en la siguiente tabla 2:

| Ejemplo | | 1-1 | 1-2 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|-----------------------------------------------------------|---------|------|------|------|------|------|------|
| Valor de filtro | - | 358 | 374 | 353 | 330 | 372 | 364 |
| Partículas | ppm | 14,7 | 17,7 | 22,0 | 13,6 | 15,3 | 15,6 |
| Xilano en la lejía de disolución | g/l | 0,0 | 0,0 | 8,5 | 22,0 | 39,0 | 31,7 |
| Absorción de xilano | % | 0,0 | 0,0 | 63,0 | 79,2 | 77,2 | 60,2 |
| Xilano de bajo peso molecular en la fibra | % od | 0,6 | 0,7 | 0,7 | 0,7 | 0,7 | 0,7 |
| Xilano de alto peso molecular en la fibra | % od | 0 | 0 | 0,7 | 2,7 | 4,8 | 6,9 |
| Xilano total en la fibra | % od | 0,6 | 0,7 | 1,4 | 3,4 | 5,5 | 7,5 |
| Distribución de pesos moleculares de la fibra de viscosa: | | | | | | | |
| Promedio en número Mn | kg/mol | 26,5 | 28,5 | 29,3 | 27,6 | 27,5 | 26,6 |
| Promedio en peso Mw | kg/mol | 63 | 65 | 66 | 66 | 63 | 61,5 |
| Índice de polidispersidad PDI (Mw/Mn) | - | 2,4 | 3,3 | 2,2 | 2,4 | 2,3 | 2,3 |
| Porcentaje en peso de los polímeros con DP<50 | % | 5,6 | 5,0 | 4,8 | 5,2 | 5,1 | 5,6 |
| Porcentaje en peso de los polímeros con DP<100 | % | 11,7 | 11,7 | 11,5 | 12,8 | 13,0 | 13,8 |
| Título | dtex | 1,30 | 1,29 | 1,34 | 1,37 | 1,34 | 1,34 |
| Resistencia condicionada, 60% de estiramiento | cN/tex | 26,0 | 25,0 | 26,5 | 24,8 | 24,8 | 23,8 |
| Extensión condicionada, 60% de estiramiento | % | 17,8 | 17,7 | 16,0 | 18,0 | 16,6 | 15,5 |
| Capacidad de trabajo | %cN/tex | 465 | 443 | 424 | 447 | 412 | 370 |
| Capacidad de retención de agua CRA | % | 90,0 | 92,4 | 94,5 | 95,6 | 98,5 | 97,1 |

Tabla 2: Propiedades de fibras de viscosa a partir de pasta al sulfito de haya con xilano hilado de una etapa CCE como copolímero

15 Las fibras absorbieron el xilano de alto peso molecular en un porcentaje inesperadamente alto. La absorción en la fibra de viscosa ascendió a del 63% al 79% del xilano presente en la lejía de disolución. A partir del valor de filtro y del número de partículas resulta evidente que la calidad de la masa para hilar y la procesabilidad no se resentían en absoluto por la adición de este copolímero.

20 A diferencia de esto se degrada xilano, que únicamente se incorpora en el procedimiento con una pasta química o de papel, y como consecuencia de esto se elimina en del 63 al 80% durante la maceración y en el baño de hilatura (véase la siguiente tabla 3). También están claramente reducidos el valor de filtro y el contenido en partículas de la masa de hilatura de viscosa (en particular en el caso de un alto aporte de xilano a partir de una pasta de papel).

| Pasta | Procedimiento | Xilano en la pasta [%] | Valor de filtro [-] | Contenido en partículas [ppm] | Xilano en la masa para hilar/fibra [%] | Pérdida de xilano [%] |
|----------------|--------------------|------------------------|---------------------|-------------------------------|----------------------------------------|-----------------------|
| Pasta química | Al sulfito de haya | 3,1 | 364 | 15,6 | 0,6 | 80,6 |
| Pasta de papel | Kraft de eucalipto | 22,1 | 8 | 671 | 8,1 | 63,3 |

| | | | | | | |
|----------------|----------------|------|----|-----|-----|------|
| Pasta de papel | Kraft de álamo | 19,8 | 69 | 118 | 7,3 | 63,1 |
|----------------|----------------|------|----|-----|-----|------|

Tabla 3: Pérdida de xilano incorporado con la pasta en el procedimiento de la viscosa

Sorprendentemente se ha demostrado que las propiedades mecánicas textiles de las fibras producidas se mantienen prácticamente constantes (véase la figura 3). A este respecto, los contenidos en xilano indicados en la figura 3 se refieren a su vez al contenido total de xilano en la fibra (es decir xilano a partir de la pasta utilizada más el xilano añadido).

5

También pudo aumentarse claramente la capacidad de retención de agua CRA mediante la incorporación del xilano en la fibra de viscosa (véanse la tabla 2 y la figura 4). Es decir, la absorción de agua y la capacidad de adsorber agua pudieron no sólo aumentarse, sino también ajustarse de manera dirigida a través del contenido en xilano de la fibra. Esto es una posibilidad completamente nueva, por ejemplo para el empleo en productos con poder absorbente, de diseñar propiedades de producto. El eje de las abscisas (contenido en xilano) en la figura 4 se refiere de nuevo al contenido total de xilano en la fibra.

10

En la figura 4 se muestra también la capacidad de retención de agua de la fibra producida según el ejemplo 6 (contenido en xilano de alto peso molecular: 10,0%). Esta ascendía al 106,0%.

Las propiedades de las masas de hilatura obtenidas en cada caso así como de las fibras obtenidas según los ejemplos 7 y 8 se resumen en la siguiente tabla 4:

15

| Ejemplo | | 7 | 8 |
|-----------------------------------------------------------|---------|-------|-------|
| Valor de filtro | | 389 | 401 |
| Partículas | | 4,5 | 5,0 |
| Absorción de xilano total | % | 0 | 30,0 |
| Xilano total en la fibra | % od | 0,5 | 2,2 |
| Distribución de pesos moleculares de la fibra de viscosa: | | | |
| Promedio en número Mn | kg/mol | 22,1 | 22,0 |
| Promedio en peso Mw | kg/mol | 60,1 | 66,7 |
| Índice de polidispersidad PDI (Mw/Mn) | - | 2,7 | 3,0 |
| Porcentaje en peso de los polímeros con DP<50 | % | 7,1 | 8,0 |
| Porcentaje en peso de los polímeros con DP<100 | % | 15,3 | 15,1 |
| Título | dtex | 1,40 | 1,45 |
| Resistencia condicionada, 60% de estiramiento | cN/tex | 26,8 | 25,8 |
| Extensión condicionada, 60% de estiramiento | % | 17,0 | 15,9 |
| Capacidad de trabajo | %cN/tex | 455,6 | 410,2 |

Tabla 4. Propiedades de fibras de viscosa producidas con la adición de xilano de la producción de viscosa

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de un cuerpo moldeado celulósico según el procedimiento de la viscosa mediante la conformación de una masa para hilar que contiene xantogenato de celulosa, caracterizado porque al xantogenato de celulosa se le añade xilano en un porcentaje de al menos el 1% en peso, con respecto a celulosa, preferiblemente del 1% en peso al 20% en peso, de manera especialmente preferible del 3% en peso al 15% en peso.
5
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el xilano se añade en forma de una disolución alcalina.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el xilano se añade al xantogenato de celulosa como componente de una lejía de disolución alcalina.
10
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 ó 3, caracterizado porque el xilano procede de una lejía de prensado que se produce durante el prensado de pasta alcalinizada al inicio del procedimiento de la viscosa.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque al xantogenato de celulosa se le añade una lejía de prensado que se produce durante el prensado de pasta alcalinizada al inicio del procedimiento de la viscosa.
15
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque al menos una parte del xilano añadido es un xilano de alto peso molecular con un grado de polimerización (DP) promedio de desde 75 hasta 350, preferiblemente de 110 a 220.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el xilano de alto peso molecular se añade en un porcentaje del 1% en peso al 20% en peso, preferiblemente del 3% en peso al 15% en peso, con respecto a celulosa.
20
8. Procedimiento según la reivindicación 6 ó 7, caracterizado porque el xilano de alto peso molecular procede de una corriente de sustancia rica en hemicelulosa que se produce en el transcurso de una etapa de extracción durante la producción de una pasta.
25
9. Cuerpo moldeado celulósico obtenido según el procedimiento de la viscosa con un porcentaje de xilano de alto peso molecular con un grado de polimerización (DP) promedio de desde 75 hasta 350, preferiblemente de 110 a 220, de al menos el 0,5% en peso con respecto a celulosa, preferiblemente del 2% en peso al 8% en peso.
10. Cuerpo moldeado celulósico según la reivindicación 9 en forma de una fibra.
30
11. Uso de un cuerpo moldeado celulósico según una de las reivindicaciones 9 ó 10 en productos con poder absorbente.

FIGURA 1

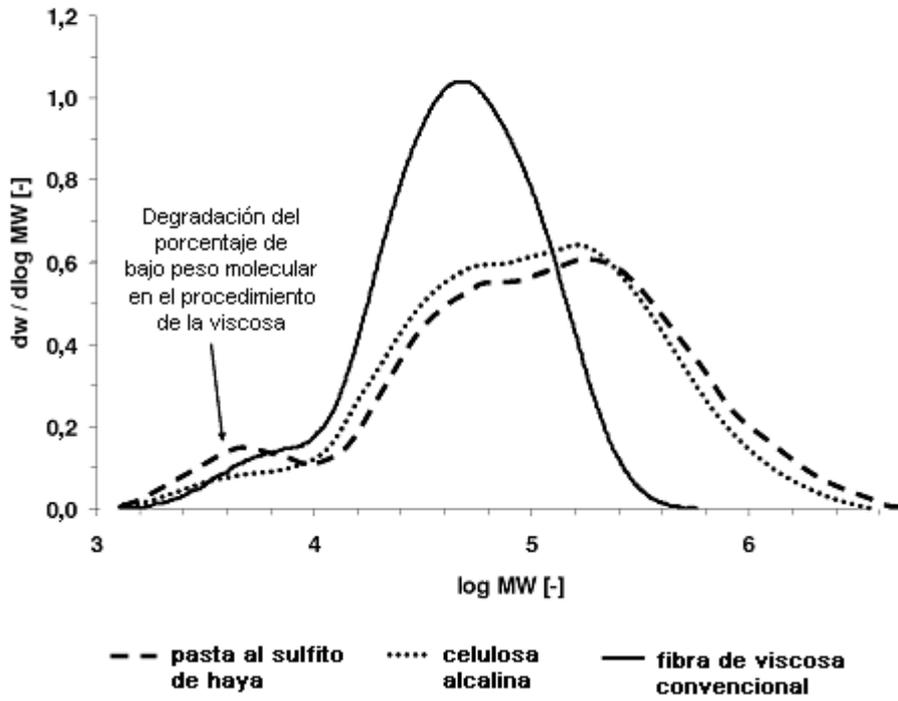


FIGURA 2

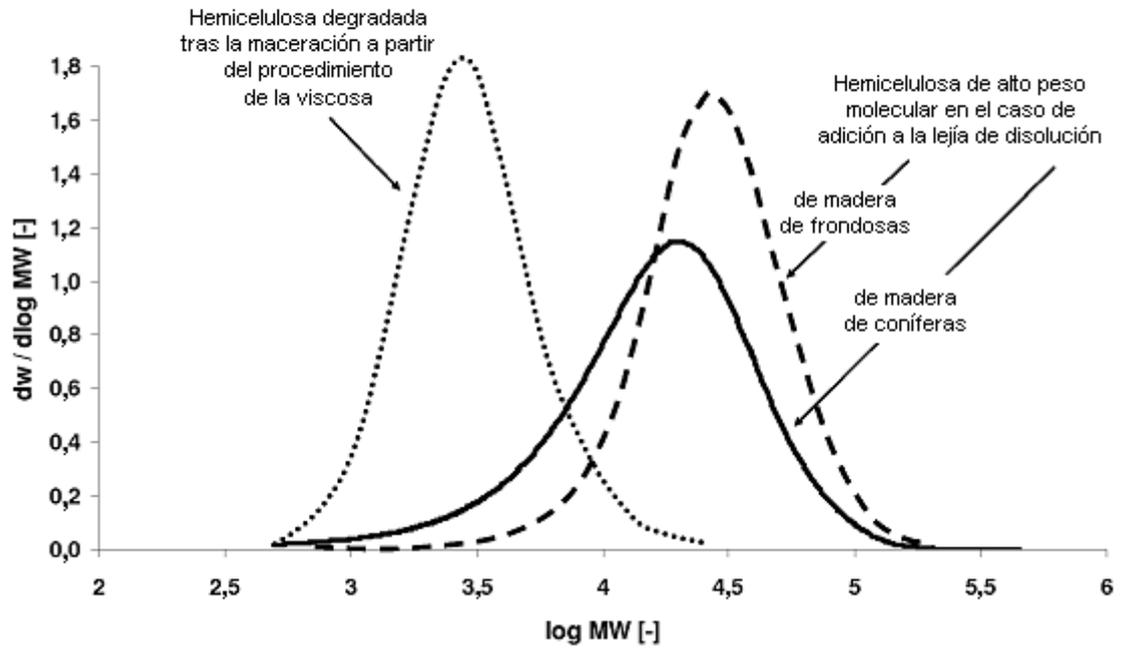


FIGURA 3

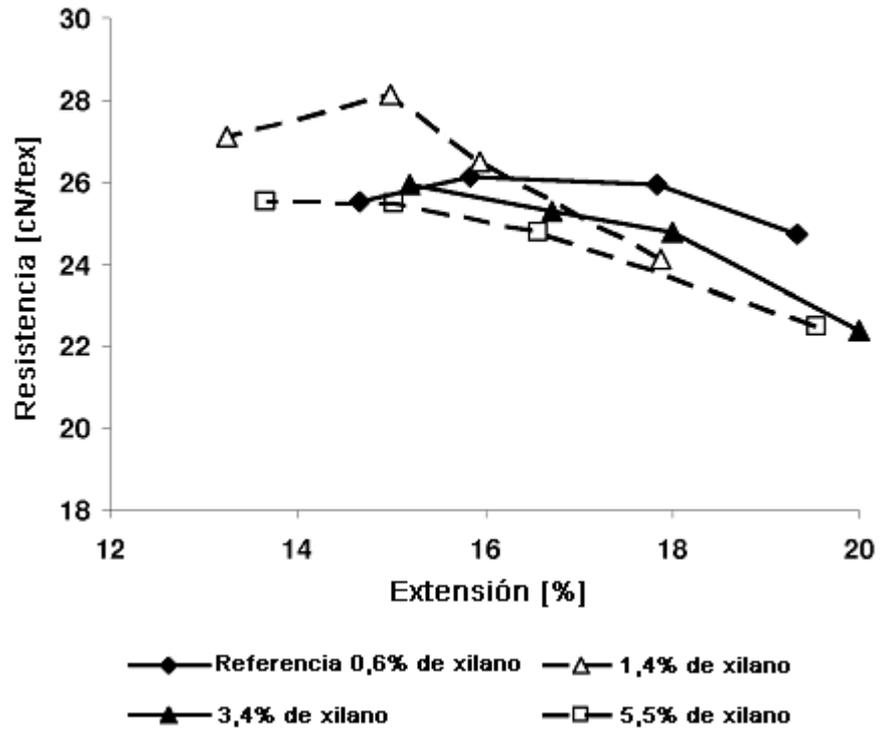


FIGURA 4

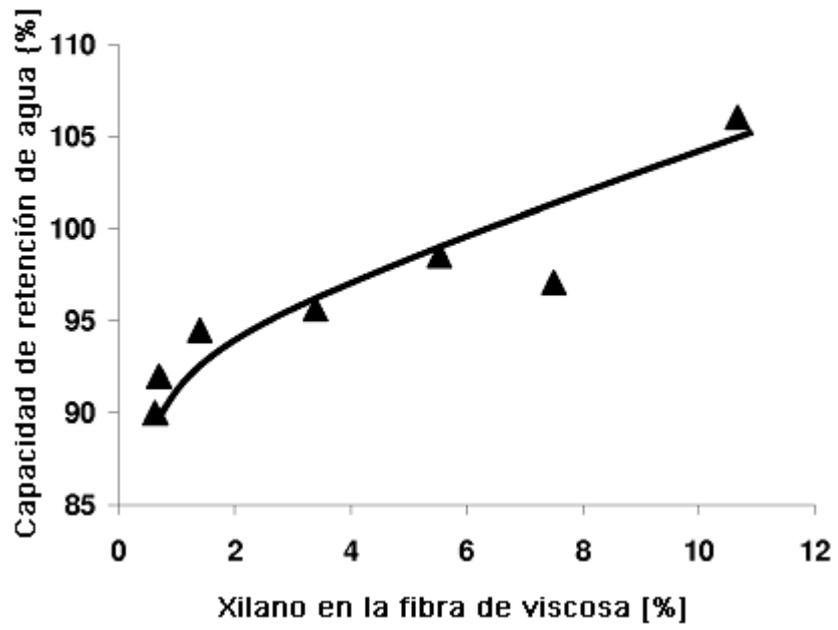


FIGURA 5

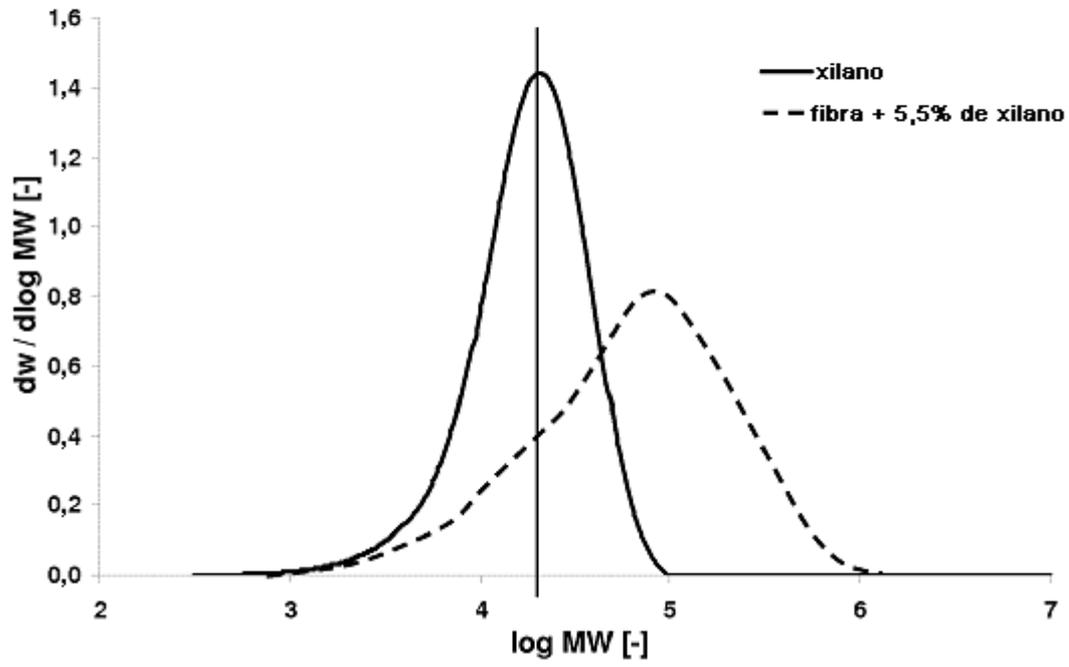


FIGURA 6

