

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 677 881**

51 Int. Cl.:

**C08J 11/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.11.2013 PCT/NL2013/050834**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.05.2014 WO14081291**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.11.2013 E 13801898 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.06.2018 EP 2922905**

54 Título: **Procesamiento de textiles residuales de algodón-poliéster**

30 Prioridad:

**21.11.2012 NL 2009851**

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

**07.08.2018**

73 Titular/es:

**AGRAWAL ECOLABS (25.0%)  
Bruggenmorsweg 113  
7521 ZT Enschede, NL;  
FILO ENGINEERING (25.0%);  
GERRIT BOUWHUIS B.V. (25.0%) y  
BRINKS MANAGEMENT ADVICE/TECHNE B.V.  
(25.0%)**

72 Inventor/es:

**BRINKS, GERRIT JOHANNES;  
BOUWHUIS, GERHARD HERMAN;  
AGRAWAL, PRAMODKUMAR BHAGWANDAS y  
GOIJER, HENDRIK**

74 Agente/Representante:

**SÁEZ MAESO, Ana**

ES 2 677 881 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**

Procesamiento de textiles residuales de algodón-poliéster

5 La invención se relaciona con el campo de los productos textiles y, en particular, con la reutilización de productos textiles residuales que contienen celulosa y fibras sintéticas.

10 En todo el mundo, se producen anualmente millones de toneladas de fibras textiles residuales. Una gran parte de estos residuos se compone de telas mezcladas como fibra textil de poliéster y algodón. Los productos mezclados residuales tienen métodos de reciclaje limitados debido a las diferencias de los componentes y el rendimiento. En la actualidad, las prendas usadas de algodón y poliéster se venden como material de segunda mano o se desgarran y se usan en productos textiles de baja calidad, se entierran o queman. Estos tratamientos no solo son un desperdicio del valioso material natural, sino que también tienen efectos adversos sobre el medio ambiente. Por lo tanto, son necesarios nuevos métodos de recuperación de productos textiles residuales mezclados.

15 Debido a la creciente población mundial y la creciente riqueza en todo el mundo, es de esperar que la demanda de algodón crezca. Sin embargo, el potencial para el crecimiento de la producción es limitado. Además, el consumo de energía y agua durante la producción de algodón es relativamente grande. Por lo tanto, es deseable encontrar formas de reutilizar algodón a partir de materiales residuales que contienen algodón. Sin embargo, estos materiales son principalmente prendas de algodón-poliéster, y por lo que es necesario separar el algodón del poliéster antes de poder reutilizar el algodón.

20 Actualmente, se conoce separar el algodón de las fuentes mixtas de algodón-poliéster solubilizando el contenido de poliéster mediante el cual se retiene la tela de algodón. Tal proceso se describe, por ejemplo, en el documento US 5,342,854. Aquí, el poliéster se disuelve en un solvente de sulfona y luego se aísla del algodón mediante procesos de separación física tales como filtración. Una desventaja importante de este proceso es que el algodón obtenido es de baja calidad y necesita ser procesado posteriormente para que sea adecuado para una reutilización de alta calidad, como en hilados adecuados para prendas. Además, todos los productos químicos de acabado insolubles, suciedad, tintes, etc., presentes en los residuos de algodón y poliéster, permanecen en el residuo de algodón y tendrán un efecto adverso en el procesamiento posterior del algodón.

25 Por lo tanto, es deseable proporcionar un método para la separación de fibras de celulosa de sus mezclas con fibras sintéticas, especialmente mezclas de algodón y poliéster, que da como resultado una reutilización de alta calidad de fibras de celulosa. El método también debería ser adecuado para cualquier contenido de algodón de las mezclas de algodón-poliéster. Finalmente, se desea que la separación no requiera productos químicos agresivos, sea rápida y se pueda aplicar fácilmente a escala industrial.

30 Con el fin de abordar uno o más de los deseos anteriores, la presente invención proporciona un método para regenerar fibras de celulosa a partir de textiles que comprenden tanto celulosa como fibras sintéticas, que comprende los pasos:

- 40 (a) tratar el textil con un solvente de celulosa que comprende un óxido de amina para disolver la celulosa a una temperatura de 40-120°C, durante un período de 1-90 minutos y con una concentración de celulosa en la fase líquida que contiene celulosa de 0.5 -35% en peso,
- 45 (b) separar una fase líquida que contiene celulosa de las fibras sintéticas, en el que la fase líquida que contiene celulosa se separa por decantación, centrifugación o filtración; y
- (c) someter la fase líquida que contiene celulosa a un proceso de hilado de celulosa para producir fibras de celulosa,

50 en el que el textil se trata con un potenciador biocatalítico o de solubilización química antes o durante el paso de disolución (a) para ajustar el grado de polimerización de la celulosa en el intervalo 200-1200 medido de acuerdo con ASTM D1795.

55 La presente invención se basa en una percepción juiciosa de que mediante el uso de un solvente adecuado, las fibras de celulosa, preferiblemente en la forma de algodón, se pueden solubilizar a partir de sus mezclas con poliéster o con otras fibras sintéticas, lo que da como resultado una solución de celulosa adecuada para un proceso de hilado para producir fibras de celulosa de alta calidad. En la presente invención, la separación y solubilización de fibras de celulosa a partir de sus mezclas con fibras sintéticas se realiza en un paso, cuyo enfoque es simple, da como resultado celulosa de alta calidad y se puede aplicar a prácticamente cualquier textil residual que contenga algodón.

60 El documento CN102199310 divulga un método para reciclar componentes que contienen algodón en telas mezcladas de algodón-poliéster residuales, que incluye disolver celulosa de la combinación usando 4-metilmorfolina-N-óxido. Sin embargo, el documento CN102199310 no divulga ni sugiere la adición de un potenciador de la solubilización antes o durante la disolución para llevar el grado de polimerización de la celulosa al intervalo de 200-1200.

65 El primer paso en el proceso de la invención es proporcionar un material textil de partida que contiene tanto celulosa como fibras sintéticas. El material de partida puede ser cualquier material textil y es preferiblemente un material residual textil. Las fibras de celulosa pueden comprender fibras naturales fabricadas a partir de plantas, tales como

algodón, lino, o pueden ser fibras hechas por el hombre tales como celulosa regenerada, o una mezcla de estas. Más preferiblemente, las fibras de celulosa en el textil están presentes en la forma de algodón. Bajo "fibras sintéticas" se entiende que las fibras hechas por el hombre se modifican químicamente, por ejemplo sintetizando a partir de monómeros. Las fibras sintéticas en la presente invención pueden ser, por ejemplo, poliéster (polietileno tereftalato, PET), polipropileno, poliamidas, etc. El textil puede comprender hilos de la misma composición, que es una mezcla de celulosa y fibras sintéticas, o puede tener hilos de composición diferente, por ejemplo hilos de algodón y sintéticos separados. La invención es particularmente ventajosa cuando se aplica a mezclas de fibras de algodón-sintéticas, y especialmente a textiles de mezcla de algodón-poliéster, ya que estos representan el mayor grupo de residuos textiles. Los desechos textiles pueden originarse de diversas fuentes, como prendas usadas, ropa, algodón de bajo grado, excesos de las fábricas textiles, etc.

En el siguiente paso, el textil se trata con un solvente que disuelve celulosa que comprende un óxido de amina para producir una fase líquida que contiene celulosa, o una solución de celulosa. Preferiblemente, se usan solventes que no degradan completamente la celulosa sino que la convierten en una condición no fibrosa (solución de celulosa). Por lo tanto, la celulosa conserva su estructura molecular y puede reutilizarse en aplicaciones de fibra nuevamente. Los solventes que se pueden usar para este fin son los óxidos de amino, como el N-óxido de N-metilmorfolina (NMMO), el ácido ortofosfórico, los líquidos iónicos, el amoníaco/tiocianato de amonio y otros. Los solventes se pueden usar en una mezcla con agua. Los solventes preferidos son los óxidos de amino, más preferiblemente los óxidos de amino terciarios, ya que estos son menos agresivos y son fáciles de manipular en comparación con otros solventes. En una realización preferida, el óxido de amino usado es NMMO. Son particularmente adecuados los óxidos de amino acuosos, especialmente el NMMO en mezclas con agua. Una ventaja del uso de solventes que disuelven celulosa tales como NMMO es que el material de partida no necesita someterse a ningún tratamiento de limpieza ya que la suciedad y otros aditivos no contaminan la solución de celulosa y permanecen en la fase sólida restante.

Se calienta a continuación la mezcla del textil y el solvente a una temperatura en el intervalo de 40-120°C para permitir la disolución de la celulosa. Una persona experta puede determinar fácilmente las condiciones adecuadas para lograr la disolución de celulosa. El tiempo de disolución es de 1 a 90 minutos, preferiblemente de 30 a 60 minutos. Preferiblemente, la mezcla del textil y el solvente se calienta a una temperatura de 85-100°C durante el paso de disolución. Las temperaturas superiores a 100°C pueden causar el amarillamiento de la solución, mientras que por debajo de 85°C la viscosidad de la solución puede ser inconvenientemente alta.

Como un resultado de la solubilización, la celulosa de la mezcla de partida está presente como una solución de celulosa (dopado). La concentración de celulosa en la fase líquida que contiene celulosa es 0.5-35% en peso. Preferiblemente, el dopado contiene celulosa en el intervalo de 10-17% en peso. Este último intervalo tiene una concentración suficiente de celulosa para una producción de fibra económica y eficiente y, por otro lado, se evitan altas viscosidades de la solución que son características para soluciones anisotrópicas a altas concentraciones.

Si se usa NMMO como un solvente de celulosa, el dopado preferiblemente contiene 10-17% en peso de celulosa, 5-15% en peso de agua, donde el resto es NMMO. Sin embargo, la composición de la solución de celulosa se puede variar en intervalos más amplios, tales como 0.5-35% en peso de celulosa, 0-25% en peso de agua y 40-90% en peso de NMMO, más preferiblemente, 1-30% en peso de celulosa, 0.1-20% en peso de agua y 50-85% en peso de NMMO. Para mejorar la solubilización, el tejido se trata con un potenciador biocatalítico o de solubilización química antes o durante el paso de disolución (a) para llevar el grado de polimerización de la celulosa al intervalo de 200-1200 medido de acuerdo con ASTM D1795. Ejemplos de estos son agentes oxidantes tales como blanqueadores, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y permanganatos, ácidos tales como ácido fosfórico, ácido oxálico y ácido sulfúrico, y enzimas tales como celulasa. El tratamiento con potenciadores de la solubilización puede realizarse antes del paso de disolución, como un tratamiento previo. Sin embargo, también se pueden agregar los potenciadores de solubilización durante el paso de disolución.

Una ventaja adicional del uso de potenciadores biocatalíticos o de solubilización química es la posibilidad de ajustar el grado de polimerización (DP) de la celulosa en los residuos de algodón a la ventana de operación requerida para el posterior proceso de hilado de celulosa. Para los fines de hilado, el DP está preferiblemente en el intervalo de 200-1200. Por lo tanto, si es necesario, el DP de celulosa en la solución se ajusta a 200-1200, más preferiblemente a 400-800 antes del siguiente paso de centrifugación de celulosa. Esto puede hacerse adecuadamente con la ayuda de potenciadores de solubilización. El DP se mide de acuerdo con la prueba estándar ASTM D1795.

Además, se pueden usar agentes antioxidantes durante el proceso de disolución, con el fin de evitar el amarillamiento de la solución y la degradación de la celulosa durante la disolución. Preferiblemente, el propilgalato se usa para este fin.

En el siguiente paso, la fase líquida que contiene celulosa se separa de las fibras sintéticas por decantación, centrifugación o filtración. Las fibras sintéticas generalmente no se ven afectadas por el tratamiento con agentes que disuelven la celulosa. Por lo tanto, estas fibras pueden separarse fácilmente de la solución de celulosa. Para este fin, son particularmente adecuados los procesos de separación física como precipitación, separación de fases o centrifugación. La fase líquida que contiene celulosa separada se somete al siguiente paso de producción de fibras. Las fibras sintéticas separadas pueden secarse y reutilizarse como tales o, como alternativa, pueden procesarse adicionalmente.

5 Para producir fibras de celulosa a partir de la solución de celulosa se puede usar cualquier proceso convencional de hilado de celulosa. Un ejemplo de un proceso de hilado de celulosa adecuado es un proceso de Lyocell. En dicho proceso, se bombea una solución de celulosa a través de hileras. La hilera está perforada con pequeños agujeros; cuando la solución es forzada a través de estos, salen largas hebras de fibra. Las fibras se sumergen luego en otra solución de un óxido de amina que establece los hilos de fibra. Las fibras formadas son luego lavadas y secadas. Las hebras pueden tratarse adicionalmente en un área de acabado donde, por ejemplo se aplican lubricantes a las fibras. El óxido de amina usado para disolver la celulosa y establecer la fibra después del hilado se recicla; típicamente se recupera hasta el 98% del óxido de amina. Dado que hay pocos productos de desecho, este proceso es relativamente ecológico.

15 Una ventaja principal del proceso de la invención es que la separación de las fibras de celulosa de las fibras sintéticas y la disolución de las fibras de celulosa para el proceso de hilado se ejecuta ahora en un paso del proceso. Una segunda ventaja importante es que todo el material no celulósico insoluble (tintes, suciedad, resinas, etc.) en la mezcla de fibras de partida permanece en el residuo de fibra sintética y no obstaculizará el último proceso de hilado de la celulosa. Una ventaja adicional es que el paso de disolución es relativamente corto y no usa productos químicos agresivos; por lo tanto, puede ser usado convenientemente en un proceso industrial.

20 La posibilidad de usar fibras de celulosa como el algodón a partir de residuos de algodón/poliéster para un proceso de hilado de celulosa abre la posibilidad de una reutilización de alta calidad de los residuos textiles y evita la degradación de los valiosos residuos de algodón que de otro modo serían usados en aplicaciones de algodón de baja calidad, o serían quemados. La presente invención contribuye a resolver los problemas de un crecimiento limitado en la producción de algodón en relación con la demanda creciente y el problema del reciclado de residuos textiles. El uso de la parte de algodón de este desecho como un recurso para la celulosa regenerada de alta calidad, comparable al proceso Lyocell, es nuevo para la industria.

25 El mismo proceso para preparar una solución de celulosa podría aplicarse también a otros procesos tales como la reutilización de residuos de poliéster. La parte de poliéster no disuelto se usa para este fin.

30

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Método para regenerar fibras de celulosa a partir de textiles que comprenden tanto fibras de celulosa como sintéticas, que comprende los pasos:
- (a) tratar el tejido con un solvente de celulosa que comprende un óxido de amina para disolver la celulosa a una temperatura de 40-120°C, durante un período de 1-90 minutos y con una concentración de celulosa en la fase líquida que contiene celulosa de 0.5 -35% en peso,
- 10 (b) separar una fase líquida que contiene celulosa de las fibras sintéticas, por decantación, centrifugación o filtración; y
- (c) someter la fase líquida que contiene celulosa a un proceso de hilado de celulosa para producir fibras de celulosa,
- 15 en el que el tejido se trata con un potenciador biocatalítico o de solubilización química antes o durante el paso de disolución (a) para llevar el grado de polimerización de la celulosa al intervalo de 200-1200 medido de acuerdo con ASTM D1795.
- 20 2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el textil comprende algodón como las fibras de celulosa.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que las fibras sintéticas comprenden tereftalato de polietileno, polipropileno y/o poliamidas, preferiblemente, tereftalato de polietileno.
- 25 4. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el paso (a) se lleva a cabo a una temperatura de 85-100°C.
5. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el paso (a) se lleva a cabo durante 30-60 minutos.
- 30 6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el potenciador de solubilización es una enzima, preferiblemente una celulasa.
7. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el potenciador de solubilización es un agente oxidante.
- 35 8. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el potenciador de solubilización es un ácido.
9. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que en el paso (a) se agrega un antioxidante, preferiblemente propilgalato.
- 40 10. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el solvente de celulosa comprende N-óxido de N-metil morfolina.
11. El método de acuerdo con la reivindicación 10, en el que se usa N-óxido de N-metil morfolina en una mezcla con agua.
- 45 12. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la concentración de celulosa en la fase líquida que contiene celulosa es 10-17% en peso.
- 50 13. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que en el paso (c) la fase líquida que contiene celulosa se bombea a través de hileras, seguido por lavado y secado de las fibras obtenidas.