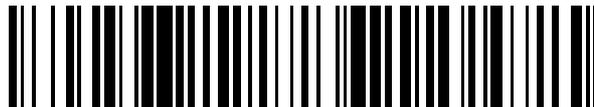


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 710 616**

51 Int. Cl.:

D01F 2/06 (2006.01)

D01F 13/02 (2006.01)

C08J 11/04 (2006.01)

D01F 2/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.02.2016 PCT/AT2016/000006**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.08.2016 WO16123643**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.02.2016 E 16709673 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.11.2018 EP 3253912**

54 Título: **Reciclado de fibras celulósicas hechas por el hombre**

30 Prioridad:

06.02.2015 AT 582015

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

26.04.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SPERGER, CHRISTIAN

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 710 616 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).

DESCRIPCION

Reciclado de fibras celulósicas hechas por el hombre

Sumario:

5 Esta invención proporciona un procedimiento para producir un cuerpo moldeado celulósico hecho por el hombre usando un material de partida celulósico hecho por el hombre, que incluye las etapas de formación de una solución de celulosa por disolución del material de partida celulósico, la extrusión de la solución de celulosa obtenida para formar un cuerpo moldeado y la coagulación y regeneración de la celulosa para obtener el cuerpo moldeado celulósico hecho por el hombre, donde el material de partida celulósico hecho por el hombre se mezcla con un segundo material de partida celulósico antes de formar la solución de celulosa. Los productos así obtenidos son
10 cuerpos moldeados celulósicos regenerados de alta calidad a partir de desechos reciclados, adecuados para la manufactura de géneros textiles y no tejidos.

Estado de la técnica:

15 El documento US 4 145 533 describe un método para reciclar desechos de celulosa regenerada como celofán no recubierto y rayón del proceso de fabricación de viscosa. En este procedimiento el desecho celulósico se tritura primero antes de la xantogenación en emulsión en solución acuosa de hidróxido de sodio y disulfuro de carbono entre 18°C y 30°C. A continuación, tal viscosa de desecho así preparada se mezcla hasta un 15% en peso con viscosa de producción convencional para producir productos de celulosa regenerada. La solución de xantogenación en emulsión contiene al inicio aproximadamente 10,8% en peso de hidróxido de sodio y al menos 40% en peso de disulfuro de carbono basado en el peso de celulosa. Hasta el 8% en peso de la celulosa total en la mezcla derivaba
20 de la celulosa de desecho. Además la solución contiene tensioactivos o emulsionantes. Este procedimiento necesita dos líneas de alcalinización y xantogenación completas e independientes.

25 El documento US 2 184 586 reivindica un procedimiento para convertir celulosa regenerada de desechos en xantato de celulosa. Los hilos de desecho originados en la producción de rayón son tratados en la primera etapa con una solución de hidróxido de sodio a una concentración de 16% a 17,5% durante una hora a una hora y media. Después de exprimir las fibras embebidas, la desintegración se llevó a cabo en una trituradora durante dos horas a 18°C a 29°C previo a la etapa de maduración durante 25 a 35 horas. La xantogenación se llevó a cabo con 7 litros de disulfuro de carbono por 100 kg de celulosa alcalina durante 1,5 a 2 horas. Después de disolver 100 kg del xantato en 130 litros de sosa cáustica de 0,4% a 0,5% se obtuvo una solución para hilatura adecuada para hilatura. Generalmente el grado de polimerización de las fibras así obtenidas es muy bajo para dar buenas propiedades
30 mecánicas de las fibras.

35 Ambas patentes de EE.UU. 3 914 130 y 3 817 983 describen la aplicación de diferentes materiales celulósicos que incluyen celulosa regenerada para la preparación de viscosa. Reivindican un procedimiento donde los materiales celulósicos procesados en un molino de bolas se añaden a una celulosa alcalina preparada convencionalmente fabricada a partir de pasta antes o después de envejecimiento. La celulosa alcalina así preparada se procesa además tal como se describe en la patente de EE. UU. 3 817 983 mediante el proceso clásico de fabricación de viscosa para formar viscosa. La viscosa resultante puede usarse para moldearse en forma de esponja, fundirse en una película o formar una fibra aunque generalmente el grado de polimerización de las fibras así obtenidas es muy bajo para dar buenas propiedades mecánicas de las fibras.

40 El documento WO 2007/070904 presenta un procedimiento para preparar fibras o películas celulósicas con tintes de cuba usando materiales de partida celulósicos que ya contengan tintes de cuba en forma de dispersión molecular además de al menos un material de partida celulósico más. Los materiales de partida celulósicos pueden seleccionarse entre pasta, fibras celulósicas naturales o hechas por el hombre o desechos de hilatura de la producción de fibras. Pero este documento no aborda ningún problema causado por el uso de tales desechos de hilatura o cómo resolverlo.

45 Ninguna de las opciones de reciclado descritas previamente incluyen ningún proceso de pretratamiento químico del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado, antes de ser usado en el procedimiento de fabricación de viscosa, ni muestra una posibilidad para usar grandes cantidades de materiales de partida celulósicos hechos por el hombre reivindicados para obtener cuerpos moldeados celulósicos con buenas propiedades mecánicas.

50 Además, la utilidad del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado puede estar limitada debido al hecho de que los géneros textiles, además de la celulosa, contienen típicamente productos químicos adicionales como colorantes, resinas, abrillantadores ópticos, etc, y pueden además contaminarse durante su tiempo de vida p.ej. por agentes suavizantes o blanqueadores durante el lavado. También se pueden encontrar significantes cantidades de metales en materiales de desechos de algodón anteriores y posteriores a su consumo. Estos metales
55 pueden originarse de abrasiones de botones o cremalleras.

La presencia de cualquiera de estos productos químicos potencialmente dificulta respectivamente restringe la aplicación del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado en el proceso de fabricación de

viscosa. Como ejemplo, las resinas interconectan químicamente las moléculas de celulosa haciéndolas insolubles y no reactivas. Estas sustancias no pueden retirarse del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado mediante etapas únicas de desintegración mecánica del material de partida celulósico hecho por el hombre.

- 5 Sin embargo, estos productos químicos pueden provocar altos contenidos en partículas en las soluciones para hilatura que requieren mayores esfuerzos en la filtración dando como resultado un incremento en los costes de los equipos y una menor productividad. Si el contenido en partículas es demasiado alto, el sistema de filtración puede reducir los tiempos de estabilidad y puede en el peor de los casos bloquearse completamente. Adicionalmente, grandes cantidades de pequeñas partículas que no pueden retirarse de la solución para hilatura por filtración pueden causar problemas en las boquillas de hilatura debido a la obstrucción de los agujeros de las boquillas de hilatura y de este modo tiempos de vida reducidos de las boquillas de hilatura, conduciendo de nuevo a una menor productividad y/o fibras de menor calidad.

Problema:

- 15 A la vista del estado de la técnica, el problema a resolver era proporcionar un procedimiento que permita el uso de cantidades lo más elevadas posibles de material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado para la producción de cuerpos moldeados celulósicos hechos por el hombre, proporcionando de este modo un camino para el reciclado eficaz del material de partida celulósico hecho por el hombre en productos de alta calidad adecuados p.ej. para la fabricación de géneros textiles y no tejidos.

Descripción de la invención:

- 20 Este problema fue resuelto con un procedimiento para producir un cuerpo moldeado celulósico hecho por el hombre usando un material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado y un material de partida celulósico virgen, que incluye las etapas de

- a) triturar opcionalmente de manera mecánica el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado,
- 25 b) tratar opcionalmente de forma previa el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado en una etapa para retirar los metales, una etapa de decoloración y/o etapa para retirar los reticuladores antes de la etapa de alcalinización
- c) en una etapa de alcalinización, macerar el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado en sosa cáustica y posteriormente estrujarlo,
- d) envejecimiento previo de la celulosa alcalina así obtenida,
- 30 e) xantogenación de la celulosa alcalina en una etapa de xantogenación y posteriormente disolución del xantato de celulosa,
- f) extruir la solución de xantato de celulosa así obtenida para formar un cuerpo moldeado,
- g) coagular y regenerar la celulosa para obtener el cuerpo moldeado celulósico hecho por el hombre,

- 35 donde antes de la etapa e) en una etapa de combinación adicional, la celulosa alcalina hecha del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado se combina con celulosa alcalina hecha a partir del material de partida virgen en una segunda línea de alcalinización y donde las celulosas alcalinas combinadas son procesadas adicionalmente juntas en la etapa de xantogenación e).

- 40 La etapa de trituración mecánica a) incluye –cuando sea aplicable– etapas de molienda, si el material de partida contiene mayores agregados, tejidos, etc., y etapas de apertura, p.ej. si el material viene en pacas comprimidas, al igual que otras etapas necesarias para desmenuzar el material de partida en un tamaño de partícula que sea adecuado para llevar a cabo las etapas siguientes del proceso de una manera adecuada.

- 45 En o antes de la etapa de pretratamiento opcional b) las mezclas de fibras de material de partida han tenido que ser separadas para retirar las impurezas de las fibras no celulósicas antes de la alcalinización. Existen procedimientos bien conocidos en la técnica para hacer esto, principalmente que dependen de la naturaleza de las impurezas de las fibras no celulósicas.

La xantogenación de la celulosa alcalina en la etapa de xantogenación y la posterior disolución del xantato de celulosa en la etapa e) puede realizarse mediante el procedimiento conocido de fabricación de viscosa o de modal; la composición (contenido de celulosa, contenido alcalino, ...) de la viscosa depende del tipo y la calidad del producto final que debería producirse.

- 50 Para el propósito de esta invención la expresión “material de partida celulósico hecho por el hombre” incluye todos los tipos de fibras celulósicas hechas por el hombre producidos mediante el procedimiento de fabricación de viscosa, modal o lyocell. El material de partida puede contener agentes matificantes (p.ej. TiO₂) sin afectar el procedimiento

según la invención. También pueden usarse los materiales de partida sin color o coloreados. Si se desea, se pueden retirar los colorantes mediante procedimientos conocidos de decoloración selectivos de colorantes. Los metales, como por ejemplo magnesio, pueden causar problemas en la capacidad de filtración de la viscosa y debería retirarse preferiblemente mediante una etapa de pretratamiento ácida, con la ayuda de un agente complejante o una combinación de ambos. En el caso de materiales de partida celulósicos reticulados se requiere la retirada del correspondiente reticulador antes de la etapa de alcalinización. Esto puede hacerse por ejemplo para reticuladores de tipo urea (p.ej. DMDHEU) mediante procedimientos de rotura hidrolítica alcalina o ácida descritos en la bibliografía (p.ej. Textile Research Journal, 1985, 55, 444-448). Preferiblemente, el material reivindicado no debería contener materiales celulósicos reticulados. Esto puede analizarse p.ej. mediante un análisis elemental, espectroscopía de IR en línea, el procedimiento de Kjeldahl (Zeitschrift für Analytische Chemie, 1883, 366-382) u otros métodos que en principio son conocidos por el experto en la técnica.

En el caso en el que el material de partida contenga materiales no celulósicos, por ejemplo en el caso de una mezcla de fibras (p.ej. mezcla con poliéster), las fibras no celulósicas tienen que ser retiradas cuantitativamente antes de la etapa de alcalización con los métodos de la técnica. Con el fin de mantener la calidad del material de partida, en particular el peso molecular medio del material de partida celulósico hecho por el hombre tan elevado como sea posible, los métodos suaves y no destructivos con la celulosa son preferidos para cualquier pretratamiento requerido.

En una realización preferida del procedimiento según la invención el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado se obtuvo de un desecho anterior y/o posterior a su consumo que contenía fibras celulósicas hechas por el hombre producidas mediante el procedimiento de fabricación de viscosa, modal o lyocell.

En una realización preferida del procedimiento según la invención el desecho anterior y/o posterior a su consumo contenía adicionalmente fibras no celulósicas y estas fibras no celulósicas tienen que ser separadas cuantitativamente del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado antes de la etapa de alcalinización. Esta separación puede hacerse mediante métodos generalmente bien conocidos en la técnica.

En otra realización preferida del procedimiento según la invención, la etapa para retirar los metales es un tratamiento de lavado ácido y/o un tratamiento con un agente complejante. El agente complejante se aplica preferiblemente en forma de una solución acuosa.

En una realización incluso más preferida del procedimiento según la invención, un tratamiento de lavado ácido y un tratamiento con un agente complejante en la etapa para retirar los metales se combinan en una etapa al añadir un agente complejante al tratamiento de lavado ácido.

La etapa opcional de decoloración según la invención se lleva a cabo dependiendo del tipo de colorante mediante métodos generalmente bien conocidos en la técnica. En la etapa opcional para retirar el reticulador, el reticulador, siendo más probablemente del tipo urea, puede retirarse mediante una etapa ácida o alcalina.

Preferiblemente en el procedimiento según la invención, el cuerpo moldeado producido por el procedimiento de la inventiva es una fibra cortada, fibra en filamentos, esponja o lámina del tipo viscosa o modal. Los cuerpos moldeados resultantes se usan preferiblemente para procesar adicionalmente en productos textiles o no tejidos.

En una realización particularmente preferida del procedimiento según la invención, la diferencia entre los números limitantes de viscosidad (GVZ) de la celulosa alcalina del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado y la celulosa alcalina del material de partida celulósico virgen es igual o menor de 30 ml/g, preferiblemente menor de 10 ml/g. En otra realización preferida de la presente invención, las viscosidades requeridas de las celulosas alcalinas antes de mezclar son principalmente dependientes del tipo y la calidad del producto deseado al igual que la proporción de material de partida celulósico hecho por el hombre en el producto final.

Preferiblemente en el procedimiento según la invención, el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado es una fibra cortada, fibra en filamentos, esponja o lámina de tipo viscosa o modal o del tipo lyocell.

En una realización preferida, en la etapa de combinación la proporción del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado es de 10 a 90%, preferiblemente de 20 a 80%, más preferiblemente de 40 a 60%, siempre expresado como % en peso referido a la celulosa pura, mientras la proporción restante es de material de partida celulósico virgen.

50 Descripción detallada del procedimiento según la invención (véase también el diagrama de flujo en la Fig. 1):

El Material de Partida Celulósico hecho por el hombre ("CRM" por sus siglas en el idioma inglés) que consiste en 100% de material de partida celulósico hecho por el hombre en forma de fibras o géneros textiles de Lyocell, Modal, o Viscosa (anterior o posterior a su consumo) es triturado primero; los materiales de partida celulósicos hechos por el hombre pueden ser mates o brillantes, coloreados o contener otros productos químicos de procesos anteriores.

5 Se puede llevar a cabo una etapa de pretratamiento opcional por ejemplo para retirar metales, productos químicos para un acabado suave u otros productos químicos si se requiere mediante métodos conocidos pasada la etapa de alcalinización. Los reticuladores pueden retirarse en condiciones alcalinas o ácidas o mediante otros procedimientos conocidos en la bibliografía (p.ej. Textile Research Journal, 1985, 55, 444-448). Preferiblemente deberían evitarse los materiales celulósicos reticulados. La retirada de metales puede hacerse con ayuda de un agente complejante o una combinación de tales etapas.

El tratamiento de lavado ácido según la invención actual puede llevarse a cabo a valores de pH entre 1,5 y 5, preferiblemente entre 2 y 3 a temperaturas entre temperatura ambiente a 100°C, preferiblemente entre 50 a 70°C durante 15 a 120 min., preferiblemente 15 a 60 min.

10 La retirada de metales según la invención actual puede llevarse a cabo también al tratar el material de partida celulósico reivindicado con un solución acuosa de un agente complejante. Preferiblemente, la concentración del agente complejante en dicha solución acuosa es inferior a 5 kg por tonelada de pasta secada en horno (odtp), y especialmente preferido por debajo de 2 kg/odtp. El tratamiento del material de desecho celulósico hecho por el hombre con una solución acuosa de un agente complejante puede conducirse a temperaturas entre temperatura ambiente a 100°C, preferiblemente entre 50 a 80°C durante 15 a 120 min., preferiblemente 15 a 90 min.

La etapa de lavado ácido y el tratamiento con una solución acuosa de un agente complejante pueden combinarse en una etapa del procedimiento, al añadir el agente complejante al licor de lavado ácido.

Si se desea, el colorante puede retirarse también en esta etapa al aplicar procedimientos decolorantes selectivos de colorantes.

20 La viscosidad mínima de los materiales de partida celulósicos después de triturar y otras etapas de lavado aplicadas y/o pretratamientos depende del tipo de fibra a producir (Viscosa o Modal), la calidad deseada de la fibra y la proporción requerida del material de partida celulósico hecho por el hombre en el producto. Preferiblemente la viscosidad de las fibras reivindicadas antes de la etapa de alcalinización debería estar al menos en el nivel de la AC (celulosa alcalina por sus siglas en inglés) de la pasta convencional después de un envejecimiento previo o superior.

25 La viscosidad preferida, expresada como GVZ ("Grenzyviskositätszahl"= Alemán de "número limitante de viscosidad") en la unidad [ml/g], será superior a 380 ml/g para fibras Modal y mayor que 220 ml/g para fibras de viscosa, respectivamente. Una proporción baja de material de partida celulósico hecho por el hombre en el producto final puede permitir también un nivel de viscosidad menor del material de partida reivindicado que el de la AC de pasta para disolver convencional sin que afecte negativamente a la calidad del producto final; además la viscosidad de AC CRM (celulosa alcalina del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado por sus siglas en inglés) sería preferiblemente no menos de 80% del GVZ en la pasta para disolver. A continuación el CRM triturado será macerado en sosa cáustica (según la patente AT 287905) y posteriormente estrujado para obtener la celulosa alcalina respectiva ("AC CRM").

35 Después de la etapa de maceración puede seguirle una etapa opcional de envejecimiento previo del AC CRM (por medio de los procedimientos de la técnica): tiempo y temperatura de envejecimiento son –dependiendo de la viscosidad de partida (GVZ) del CRM- ajustado de modo que la diferencia entre los números limitantes de viscosidad de la celulosa alcalina del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado (AC CRM) y la celulosa alcalina del material de partida celulósico virgen (la AC preparada convencionalmente a partir de la pasta para disolver) es igual o inferior a 30 ml/g, preferiblemente inferior a 10 ml/g después de un envejecimiento previo; en el caso de que mezclas con niveles de viscosidad menores o mayores de la pasta para disolver estándar que la AC de pasta para disolver convencional sean posibles (dependiendo de la relación de la mezcla y la calidad deseada del producto final). El nivel requerido de viscosidad depende también de los requerimientos y del tipo de producto final. Por ejemplo, una fibra de viscosa requiere una viscosidad de AC menor (GVZ de 220 a 280 ml/g) comparado con una fibra Modal de alta calidad (GVZ de 300 a 400 ml/g). En todos los casos la viscosidad media de la AC final, bien de materiales de partida reivindicados puros o mezclas respectivas con pasta para disolver convencional, debería estar preferiblemente entre 380 y 470 ml/g para Modal y entre 240 y 300 ml/g para Viscosa. En el caso de una viscosidad dada de la AC fabricada a partir de material celulósico reivindicado por debajo de 380 ml/g para Modal respectivamente 240 ml/g para Viscosa, el nivel de viscosidad media preferido de la mezcla (entre 380 y 450 ml/g para Modal y entre 240 y 300 ml/g para Viscosa) puede ajustarse mediante una viscosidad mayor respectiva de la AC de pasta para disolver convencional de una relación de mezcla dada o el nivel de viscosidad media deseado de la mezcla de AC puede ajustarse al ajustar la relación de mezcla.

50 Como un primer ejemplo: si 80% de la AC convencional y 20% del AC CRM con GVZ 350 ml/g deberían mezclarse para obtener una viscosidad diana de 420 ml/g de la mezcla, entonces el GVZ de la AC convencional debe ajustarse a ~438 ml/g. Como un segundo ejemplo: si la AC convencional con GVZ 450 ml/g y el AC CRM con GVZ 400 ml/g debería mezclarse para obtener una viscosidad media de AV de 420 ml/g, entonces la relación de mezcla debe ser 40% de la AC convencional y 60% del AC CRM).

Como el nivel de viscosidad del AC CRM y la AC convencional de la pasta para disolver no están normalmente en el mismo nivel de viscosidad, la etapa de envejecimiento previo del AC CRM y la AC de pasta convencional debe llevarse a cabo según la invención separadamente en dos líneas o alternativamente – en otra realización preferida

de la invención- en un único equipo de envejecimiento. En una realización posterior, el AC CRM puede añadirse al equipo de envejecimiento en una etapa posterior que la AC convencional. Esto debe hacerse de modo que el AC CRM satisfaga el tiempo de permanencia para obtener la viscosidad final deseada. Desde un punto de vista económico esto tiene sentido en el caso de una proporción baja de AC CRM por debajo de 10% en la mezcla final de AC.

La proporción de AC CRM envejecido previamente en la mezcla final de AC varía dentro del intervalo de 1 a 99% calculado sobre la celulosa pura. La aplicación de AC CRM no está restringida a mezclas con AC de pasta para disolver si no que puede usarse en forma pura. Por razones lógicas, la proporción de mezclas de AC CRM y AC convencional en mezclas puede ajustarse para resultar beneficioso desde el punto de vista económico (>10% de AC CRM, calculado sobre la celulosa pura) en el caso de una segunda línea de preparación de AC. Alternativamente, especialmente en el caso de una proporción de AC CRM por debajo de 10% el AC CRM puede añadirse a la AC convencional en el equipo de envejecimiento en una etapa posterior para satisfacer el tiempo de permanencia requerido necesario para ajustar el nivel de viscosidad al AC CRM. En el caso de dos líneas de preparación de AC diferentes, la mezcla se puede llevar a cabo directamente en el equipo de xantogenación, en el caso de una única línea de AC la mezcla tiene lugar en el equipo de envejecimiento de todos modos.

La mezcla de AC CRM y AC convencional ("mezcla de AC") se convierte luego en la solución para hilatura mediante el procedimiento de fabricación de viscosa tal como se conoce en la técnica, en particular mediante las etapas de

- tratar la mezcla de AC con disulfuro de carbono
- disolver el xantato en solución de sosa cáustica
- madurar la solución de viscosa y finalmente
- desgasificación de la solución para hilatura

La concentración de celulosa de la solución para hilatura final de viscosa o de modal respectiva puede ajustarse de tal manera que el nivel de la viscosidad, medido como viscosidad medida por caída de bola, puede estar dentro del intervalo de 60 a 100 s para la viscosa y 80 a 150 s para la producción de Modal. El contenido de celulosa para producir viscosa sería 8 a 10% en peso, referido a celulosa pura en la solución para hilatura final; para producir Modal sería 5-8%. Especialmente si se usan altas cantidades de material celulósico reivindicado con baja viscosidad como material de partida, la concentración de celulosa en la solución para hilatura final puede aumentar hasta la concentración superior con el fin de obtener la viscosidad medida por caída de bola respectiva de la solución para hilatura final como base para una buena calidad de la fibra.

Dependiendo de la composición de la solución para hilatura (concentración de celulosa, contenido alcalino) y el respectivo baño de precipitación (baño de hilatura) se pueden preparar diferentes cuerpos celulósicos, p.ej. fibras de Modal o de viscosa, películas, compuestos moldeados, esponjas, etc; las descripciones detalladas del procedimiento para la fabricación de fibras de viscosa pueden encontrarse en Götze, "Chemiefasern nach dem Viskoseverfahren", 3ª edición, 1967; se puede encontrar una descripción detallada del procedimiento para la fabricación de fibras de Modal en la patente austriaca AT 287905.

El material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado que contiene fibras celulósicas coloreadas puede usarse fácilmente para aplicaciones donde el color no sea relevante, como en fibras para aislamiento, rellenos, etc.

Ejemplos

Ahora la invención será ilustrada mediante ejemplos. Estos ejemplos no son limitantes del alcance de la invención de ningún modo.

Ejemplo 1: Uso de 70% de fibras recicladas de viscosa para la fabricación de fibras de viscosa

Primeramente se trituraron mecánicamente fibras cortadas de viscosa brillante y posteriormente se extrajeron con EtOH con el fin de retirar el acabado suave de las fibras. La maceración de las fibras de viscosa trituradas se llevó a cabo en sosa cáustica antes de estrujarlas. A continuación, la AC con una viscosidad GVZ de 185 ml/g se mezcló, sin ningún envejecimiento previo, con 30% de una AC preparada a partir de pasta para disolver convencional (pasta estándar Lenzing) para obtener una viscosidad de la mezcla de AC de 225 ml/g. La solución para hilatura de viscosa después de xantogenación, disolución y maduración consistió en 9,19% de celulosa y tenía una viscosidad medida por caída de bola de 47 sec. Las propiedades de las fibras hiladas de viscosa se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 2: Uso de 100% de fibras recicladas de Modal para la fabricación de fibras de viscosa

La solución para hilatura de viscosa preparada a partir de fibras de Modal brillante como material de partida, se preparó del mismo modo como se ha descrito en el Ejemplo 1 sin envejecimiento previo de la AC respectiva con una viscosidad de 231 ml/g. La solución para hilatura respectiva de viscosa, que contenía 9,17% de celulosa con una viscosidad medida por caída de bola de 50 sec, fue hilada luego en fibras de viscosa con las propiedades de fibra mostradas en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 3: Uso de 100% de fibras recicladas de Lyocell para la fabricación de fibras de Modal

5 Se trataron previamente fibras de Lyocell cortadas en trozos de 6 mm, brillantes y posteriormente se convirtieron en la AC respectiva según el Ejemplo 1 con una viscosidad AC de 371 ml/g sin envejecimiento previo. La solución para hilatura de modal preparada posteriormente, que contenía 6,15% de celulosa con una viscosidad medida por caída de bola de 75 sec fue hilada luego en fibras de modal con las propiedades de fibra mostradas en la tabla 1.

Ejemplo 4: Uso de 20% de fibras recicladas de Lyocell para la fabricación de fibras de Modal

10 Las fibras de Lyocell se convirtieron en la respectiva AC según el ejemplo 3. La AC con una viscosidad GZV de 382 ml/g se mezcló posteriormente sin envejecimiento previo con 80% de AC convencional de pasta para disolver interna Lenzing para obtener una viscosidad de la mezcla de AC de 412 ml/g. Después de convertir la mezcla de AC en una viscosa modal (6,08% de celulosa, viscosidad medida por caída de bola de 82 sec) la viscosa fue hilada en fibras de modal con las propiedades resumidas en la tabla 1.

Ejemplo 5: Uso de 10% de tejido reciclado de Lyocell (azul) para la fabricación de fibras de Modal

15 Un tejido coloreado azul que consistía en 100% de Lyocell se trituró mecánicamente y luego, sin ningún tratamiento previo adicional, se convirtió directamente en la respectiva AC según el ejemplo 4. La "AC de Lyocell" recién obtenida, que tiene una viscosidad de la AC de 340 ml/g sin envejecimiento previo, se mezcló luego con AC convencional de pasta para disolver interna Lenzing en una relación de 10% de "AC de Lyocell" y 90% de "AC de pasta" para obtener una mezcla de AC con una viscosidad de 455 ml/g. A continuación, la mezcla de AC se convirtió en una solución para hilatura de modal (6,06% de celulosa, viscosidad medida por caída de bola de 98 sec) según el ejemplo 3 para obtener, después de hilatura, fibras de Modal con las propiedades mostradas en la tabla 1.

20 Ejemplo 6: Uso de 55% de tejido reciclado de Lyocell (azul) para la fabricación de fibras de Modal

25 El procedimiento según la invención se llevó a cabo del mismo modo que se ha descrito en el ejemplo 5 pero con una mezcla de AC de pasta para disolver y fibras de Lyocell en una relación de 55% de "AC de Lyocell" y 45% de "AC de pasta". La viscosidad de "AC de Lyocell" era de 332 ml/g, la viscosidad de la mezcla de AC era de 432 ml/g. A continuación, la mezcla de AC se convirtió en una solución para hilatura de modal, que contenía 5,99% de celulosa con una viscosidad medida por caída de bola de 83 sec, según el ejemplo 3. Las propiedades de las fibras de Modal obtenidas se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 7: Uso de 20% de Lyocell reciclado opaco para la fabricación de fibras de viscosa

30 Las fibras de Lyocell opacas (agente matificante TiO₂) se convirtieron en la AC respectiva según el ejemplo 1. La "AC de Lyocell" fue envejecida previamente hasta una viscosidad GVZ de 235 ml/g y se mezcló en una proporción de 20% de una AC de pasta para disolver interna Lenzing para obtener una viscosidad de la mezcla de 230 ml/g. La solución para hilatura respectiva de viscosa después de xantogenación, disolución y maduración contenía 8,88% de celulosa con una viscosidad medida por caída de bola de 57 sec. Las propiedades de las fibras de viscosa obtenidas se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 8 comparativo; uso del 100% de pasta para disolver interna Lenzing para la fabricación de fibras de viscosa

35 Las fibras de viscosa fueron fabricadas del mismo modo que en el ejemplo 1, difiriendo solamente en el tipo de material de partida: se usó la misma pasta para disolver en todos los ejemplos para producir fibras de viscosa. Las propiedades de las fibras de viscosa obtenidas se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 9 comparativo; uso del 100% de pasta para disolver interna Lenzing para la fabricación de fibras de Modal

40 Las fibras Modal se fabricaron del mismo modo que en el ejemplo 2, difiriendo solamente en el tipo de material de partida: se usó la misma pasta para disolver en todos los ejemplos para producir Modal. Las propiedades de las fibras de Modal obtenidas se muestran en la tabla 1.

Los ejemplos 3 a 6 muestran de manera impresionante que la invención presentada en este texto hace posible la producción de fibras de alta calidad usando grandes proporciones de material reciclado. Tales fibras según la invención muestran propiedades comparables a las de las fabricadas a partir de pasta para disolver regular.

45 Tabla 1:

Ejemplo	Material de partida	Producto	Valoración [dtex]	Tenacidad [cN/tex]	Elongación [%]
1	70% de viscosa brillante, 30% de pasta	Viscosa	1,37	27,42	17,67
2 (comp)	100% de Modal brillante	Viscosa	1,35	27,33	18,14
3 (comp)	100% de Lyocell brillante	Modal	1,31	37,77	12,67

ES 2 710 616 T3

Ejemplo	Material de partida	Producto	Valoración [dtex]	Tenacidad [cN/tex]	Elongación [%]
4	20% de Lyocell brillante, 80% de pasta	Modal	1,29	37,27	12,22
5	10% de Lyocell azul, 90% de pasta	Modal	1,29	37,90	14,20
6	55% de Lyocell azul, 45% de pasta	Modal	1,30	36,95	12,92
7	20% de Lyocell opaco, 80% de pasta	Viscosa	1,36	24,07	20,31
8 (comp)	100% de pasta	Viscosa	1,34	26,99	17,20
9 (comp)	100% de pasta	Modal	1,38	32,73	14,08

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir un cuerpo moldeado celulósico hecho por el hombre usando un material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado y un material de partida celulósico virgen, que incluye las etapas de
- 5 a) triturar opcionalmente de manera mecánica el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado,
- b) tratar opcionalmente de forma previa el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado en una etapa para retirar los metales, una etapa de decoloración y/o etapa para retirar los reticuladores antes de la etapa de alcalinización
- 10 c) en una etapa de alcalinización, macerar el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado en sosa cáustica y posteriormente estrujarlo,
- d) envejecimiento previo de la celulosa alcalina así obtenida,
- e) xantogenación de la celulosa alcalina en una etapa de xantogenación y posteriormente disolución del xantato de celulosa,
- f) extruir la disolución de xantato de celulosa así obtenida para formar un cuerpo moldeado,
- 15 g) coagular y regenerar la celulosa para obtener el cuerpo moldeado celulósico hecho por el hombre,
- donde antes de la etapa e) en una etapa adicional de combinación, la celulosa alcalina hecha del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado se combina con celulosa alcalina hecha del material de partida virgen en una segunda línea de alcalinización y donde las celulosas alcalinas combinadas son procesadas adicionalmente juntas en la etapa de xantogenación e).
- 20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, donde el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado se obtuvo de un desecho anterior y/o posterior a su consumo que contenía fibras celulósicas hechas por el hombre producidas mediante procedimientos de fabricación de viscosa, modal o lyocell.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, donde el desecho anterior y/o posterior a su consumo contenía adicionalmente fibras no celulósicas y donde estas fibras no celulósicas se separan cuantitativamente del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado antes de la etapa de alcalinización.
- 25 4. Procedimiento según la reivindicación 1, donde la etapa para retirar los metales es un tratamiento de lavado ácido y/o un tratamiento con un agente complejante.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, donde un tratamiento de lavado ácido y un tratamiento con un agente complejante en la etapa para retirar los metales se combinan en una etapa al añadir un agente complejante al tratamiento de lavado ácido.
- 30 6. Procedimiento según la reivindicación 1, donde el cuerpo moldeado es una fibra cortada, fibra en filamento, esponja o lámina del tipo Viscosa o Modal.
7. Procedimiento según la reivindicación 1, donde la diferencia entre los números limitantes de viscosidad de la celulosa alcalina del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado y la celulosa alcalina del material de partida celulósico virgen es igual a o inferior a 30 ml/g, preferiblemente inferior a 10 ml/g.
- 35 8. Procedimiento según la reivindicación 1, donde el material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado es una fibra cortada, fibra en filamento, esponja o lámina del tipo Viscosa o Modal o del tipo Lyocell.
9. Procedimiento según la reivindicación 1, donde en la etapa de combinación la proporción del material de partida celulósico hecho por el hombre reivindicado es de 10 a 90%, preferiblemente de 20 a 80%, más preferiblemente de 40 a 60%.
- 40

Fig. 1:

