

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 954 061**

51 Int. Cl.:

**D01D 5/06** (2006.01)

**D01F 2/00** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.08.2019** **PCT/EP2019/073163**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.03.2020** **WO20043860**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.08.2019** **E 19758989 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2023** **EP 3844328**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la hilatura de filamentos con desviación**

30 Prioridad:

**30.08.2018 EP 18191628**

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

**20.11.2023**

73 Titular/es:

**AUROTEC GMBH (100.0%)**

**Seestraße 11**  
**4844 Regau, AT**

72 Inventor/es:

**ZIKELI, STEFAN y**  
**ECKER, FRIEDRICH**

74 Agente/Representante:

**CONTRERAS PÉREZ, Yahel**

ES 2 954 061 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 y dispositivo para la hilatura de filamentos con desviación

- 5 La presente invención se refiere a la formación y al tratamiento de fibras sintéticas extrudidas tras su consolidación.

Antecedentes de la invención

- 10 La celulosa puede disolverse en soluciones acuosas de óxidos de amina, en particular de soluciones de N-metil-morfolina-N-óxido (NMMO), para producir productos de hilatura, como por ejemplo, filamentos, fibras cortadas, películas, etc. a partir de la solución de hilatura obtenida. Esto ocurre mediante precipitación de los productos extrudidos en agua o soluciones diluidas de óxido de amina después de que los productos extrudidos se guíen desde la extrusora a través de un intersticio de gas al baño de precipitación. Habitualmente se emplean soluciones de celulosa del orden del 4% al 23% para su procesamiento para obtener productos de extrusión. A continuación
- 15 siguen transportándose los productos extrudidos precipitados en forma de hebras de película o filamento, aplicando unos mecanismos adecuados de extracción de cilindros las fuerzas de estiramiento necesarias (en el intersticio de gas). Este procedimiento también se denomina procedimiento de Lyocell y los filamentos de celulosa obtenidos se denominan filamentos de Lyocell, respectivamente.
- 20 El documento US 4.416.698 se refiere a un procedimiento de extrusión o hilatura para soluciones de celulosa para transformar la celulosa en filamentos. En este sentido, se forma un material de hilatura fluido, una solución de celulosa y NMMO (N-metilmorfolina-N-óxido) u otras aminas terciarias, mediante extrusión y se coloca en un baño de precipitación para su consolidación y expansión.
- 25 El documento US 4.246.221 y el documento DE 2913589 describen procedimientos para producir filamentos o películas de celulosa, estirándose la celulosa en forma fluida.
- El documento WO 94/28218 A1 describe un procedimiento para producir filamentos de celulosa, en el que a través de una boquilla se forma una solución de celulosa para obtener varias hebras. Estas hebras se colocan en un baño de precipitación a través de un intersticio con circulación de gas y se extraen continuamente.
- 30 En el documento CA 2057133 A1 se describe un procedimiento para la producción de hilos de celulosa, en el que se extrude una masa de hilatura y, a través de un intersticio de aire, se introduce en un baño de agua que contiene NMMO enfriado.
- 35 El documento WO 03/014432 A1 describe un baño de precipitación con un dispositivo central de extracción de hilos por debajo de una película de recubrimiento.
- El documento EP 1 900 860 A1 describe un baño de coagulación en 2 etapas de un dispositivo de hilatura, pudiendo presentar los baños diferentes composiciones de  $H_2SO_4$ .
- 40 El documento WO 97/33020 A1 se refiere a un procedimiento para producir fibras celulósicas, en el que se extrude una solución de celulosa en un óxido de amina terciario a través de los orificios de hilatura de una hilera, se guían los filamentos extrudidos a través de un intersticio de aire, un baño de precipitación y a través de un dispositivo de extracción, con el que se estiran los filamentos, se siguen procesando los filamentos estirados para obtener fibras celulósicas, en el que durante el procesamiento adicional los filamentos estirados se someten a una sollicitación por tracción en la dirección longitudinal no superior a 5,5 cN/tex.
- 45 El documento DE 10200405 A1 describe un dispositivo de Lyocell con un dispositivo de soplado en el intersticio de gas. Se menciona un dispositivo de baño de precipitación, en el que una cortina de filamentos se sumerge en el baño de precipitación, se desvía en el baño de precipitación y sale de nuevo del baño de precipitación en diagonal hacia arriba hacia un dispositivo de agrupación. Como la agrupación se realiza en una única hebra, es de esperar que durante la desviación se produzca una fuerte agrupación.
- 50 En el documento WO 02/12600 se describe un procedimiento de hilatura, en el que la velocidad máxima de hilatura económica puede calcularse a partir de una fórmula de referencia, basada en el título de la fibra, el número de hileras de orificios de hilatura y un parámetro de funcionamiento variable.
- En el documento WO 02/12599 se describe un procedimiento de hilatura en el que una cortina de hilos se desvía en un baño de coagulación y, a continuación, se junta en forma de puntos.
- 60 El documento WO 96/20300 describe los ángulos de desviación de los filamentos en el procedimiento de Lyocell según una fórmula de referencia.
- 65 En el documento WO 2008/019411 A1 se aborda el problema del daño de los filamentos debido a la extracción y se trata con ayuda de un dispositivo de extracción mecánico colocado en el baño de hilatura, debiendo aplicar este

dispositivo de extracción también una parte de las fuerzas de extracción durante el funcionamiento. Además de la construcción compleja, no debe subestimarse el peligro de que filamentos individuales muy finos puedan quedar atrapados en la construcción mecánica y perjudicar así la operación de hilatura, pero también la función del dispositivo mecánico.

5

El documento WO 2014/057022 describe baños de hilatura en serie con diferentes medios.

#### Sumario de la invención

10 En los procedimientos de Lyocell hasta el momento todos los filamentos individuales (productos extrudidos individuales), directamente adyacentes al dispositivo de desviación (por ejemplo, una varilla redonda), se presionan contra el dispositivo de desviación mediante las fuerzas normales resultantes de la fuerza de tracción del haz global. Esto puede provocar el desgarro y la rotura del hilo como resultado de las resistencias a la fricción producidas. En particular en el caso de una agrupación fuerte la fuerza normal elevada resultante de la fuerza de extracción global se ejerce sólo sobre unos pocos filamentos individuales, que están en contacto directo con el dispositivo de desviación. Estos pocos filamentos individuales pueden dañarse considerablemente por la elevada carga por la fuerza de fricción, en particular con velocidades de extracción elevadas. Para empeorar las cosas, los filamentos están hinchados en el baño de coagulación y pueden estar todavía en estado caliente, lo que significa que la resistencia mecánica es baja.

20

El objetivo de la presente invención es minimizar la carga por la fuerza de fricción de cada filamento individual en los puntos de desviación y, así, permitir una mayor productividad y mayores velocidades de hilatura. Una fuerza de fricción de este tipo aparece en baños de hilatura, en los que tienen que utilizarse dispositivos de desviación rígidos debido al medio o también dispositivos de desviación con cilindros accionados o de giro libre, como por ejemplo en un mecanismo de extracción para los filamentos.

25

La presente invención proporciona al usuario una posibilidad de cálculo para valorar su sistema en cuanto a la carga de fuerza de fricción que actúa sobre los filamentos y, con las medidas adecuadas, ajustar el sistema de tal modo que la carga de fuerza de fricción sobre todos los filamentos en contacto directo con el dispositivo de desviación pueda mantenerse al mínimo.

30

Otro objetivo de la presente invención es garantizar la manejabilidad manual de la cortina de filamentos y la accesibilidad al punto de desviación en la zona de tratamiento entre la hilera y el mecanismo de extracción, sin tener que emplear ayudas para la hilatura o dispositivos de extracción complejos y propensos a fallos.

35

La invención pone a disposición un procedimiento para producir filamentos de celulosa sólidos a partir de un fluido de celulosa, con una extrusión del fluido a través de varias aberturas de extrusión, con lo que se forman filamentos fluidos, preferiblemente un paso de los filamentos fluidos a través de un intersticio de gas, y la consolidación de los filamentos en un baño de coagulación, en el que los filamentos se agrupan en el baño de coagulación y se desvían como haz para extraerse del baño de coagulación por encima del nivel del baño de coagulación, en el que el haz de los filamentos asume en un dispositivo de desviación una anchura de desviación L, determinada según la fórmula 1:

40

$$L > (2 \times LZ \times \cos(B/2) \times v^{2,5}) / (10 \times c_{cel}^{0,5} \times Q) \quad \text{Fórmula 1}$$

45 en la que L es la anchura de desviación del haz en mm, LZ el número de aberturas de extrusión, B el ángulo de desviación calculado a partir de 180° menos el ángulo de envoltura de los filamentos alrededor del dispositivo de desviación en grados, v la velocidad de extracción de los filamentos en metros por segundo,  $c_{cel}$  la concentración de celulosa del fluido extrudido en % en masa, Q un número de carga adimensional, en la que Q es 15 o menor. En la fórmula 1 ">" significa "mayor que", "x" es un signo de multiplicación y "cos" significa coseno.

50

La invención también se refiere a un dispositivo adecuado para realizar este procedimiento, con una placa de extrusión con varias aberturas de extrusión, un recipiente colector para un baño de coagulación, preferiblemente un intersticio de gas entre las aberturas de extrusión y el recipiente colector, un dispositivo de desviación en el recipiente colector para desviar un haz de filamentos desde el recipiente colector, y un dispositivo de agrupación, que condiciona una anchura de desviación L del haz de filamentos en el dispositivo de desviación, en el que el haz de filamentos asume en el dispositivo de desviación una anchura de desviación L, que cumple la fórmula 1 ya mencionada, en la que L, LZ, B, v,  $c_{cel}$  y Q tienen el significado indicado anteriormente, Q es 15 o menor y v es al menos 35 m/min, para lo cual el dispositivo está así diseñado.

55

60 Según la invención habitualmente se obtienen anchuras de desviación L amplias, por tanto, la invención también se refiere a un procedimiento para producir filamentos de celulosa sólidos a partir de un fluido de celulosa mediante extrusión del fluido a través de varias aberturas de extrusión, con lo que se forman filamentos fluidos, preferiblemente un paso de los filamentos fluidos a través de un intersticio de gas, y la consolidación de los filamentos en un baño de coagulación, en el que los filamentos se agrupan en el baño de coagulación y se desvían como haz para extraerse del baño de coagulación por encima del nivel del baño de coagulación, en el que las

65

aberturas de extrusión están dispuestas en una longitud LL y el haz de los filamentos asume en un dispositivo de desviación una anchura de desviación L, que es al menos un 70% de la longitud LL. En consecuencia la invención se refiere también a un dispositivo adecuado para realizar este procedimiento, con una placa de extrusión con varias aberturas de extrusión, un recipiente colector para un baño de coagulación, preferiblemente un intersticio de gas entre las aberturas de extrusión y el recipiente colector, un dispositivo de desviación en el recipiente colector para desviar un haz de filamentos desde el recipiente colector, y un dispositivo de agrupación, que condiciona una anchura de desviación L del haz de filamentos en el dispositivo de desviación, en el que las aberturas de extrusión están dispuestas en una longitud LL y el haz de los filamentos asume en el dispositivo de desviación una anchura de desviación L de al menos un 70% de la longitud LL.

La siguiente descripción detallada se aplica igualmente a dispositivos y procedimientos, por ejemplo, las características preferidas del procedimiento también corresponden a propiedades o idoneidad del dispositivo o sus componentes correspondientes y las características preferidas del dispositivo también corresponden a los medios utilizados en el procedimiento según la invención. Todas las características preferidas pueden combinarse entre sí, a menos que esto se haya excluido explícitamente. Todas las características del procedimiento, incluidas las mencionadas anteriormente, pueden combinarse entre sí. Todas las características del dispositivo, incluidas las mencionadas anteriormente, pueden combinarse entre sí.

#### Descripción de las figuras

En la figura 1 se representa una zona de tratamiento de líquidos como embudo de hilatura (6).

La figura 2a muestra un sistema de cuba de hilatura, combinado con una hilera en forma rectangular.

La figura 2b muestra un sistema de cuba de hilatura, combinado con una hilera en forma anular (5) y un dispositivo de desviación (2) recto.

La figura 2c muestra un sistema de cuba de hilatura, combinado con una hilera en forma anular, en el que la desviación de la cortina anular de producto extrudido se produce a través de un dispositivo de desviación toroidal con un ángulo de desviación (B') y la cortina desviada de producto extrudido se guía a lo largo del eje central de la boquilla anular en vertical hacia arriba desde el baño de hilatura.

La figura 3a muestra un sistema de cuba con desviación y agrupación. En el dispositivo de agrupación se desvía una cortina de hilatura con una anchura L y un ángulo de desviación B.

La figura 3b muestra un sistema de cuba con dos dispositivos de desviación, donde, a diferencia de la figura 3a, en la segunda desviación no se produce ninguna agrupación. En la segunda desviación se desvía una cortina de hilatura con una anchura L y un ángulo de desviación B.

La figura 3c muestra un sistema de depósitos con 3 cortinas de hilatura, que se desvían en un dispositivo de desviación común en el depósito y en dispositivos de desviación separados en el borde del depósito, de las cuales se extraen los haces, como marcan las flechas.

La figura 4 muestra una desviación en un mecanismo de extracción, que presenta unos cilindros accionados, indicados con "M", en una vista en planta (izquierda) y en una vista lateral (derecha). Todos los cilindros pueden estar accionados (figura 4a) o sólo algunos (figura 4b). El transporte de los haces de filamentos se indica con una flecha. Los haces se desvían con un ángulo B (0° a 150°) en unos cilindros. Con "L" se indica la anchura del haz de filamentos en el cilindro.

#### Descripción detallada de la invención

La invención se refiere a la desviación de cortinas de filamentos o al menos haces de filamentos agrupados por un lado. La desviación se produce en el baño de coagulación para transportar de nuevo los filamentos fuera del baño. Durante la desviación, los filamentos se juntan en la normal al eje de desviación, de modo que en la primera capa los filamentos se disponen sobre un dispositivo de desviación y en las capas adicionales unos sobre otros. De este modo se produce una sollicitación del material como ya se mencionó anteriormente, en particular a altas velocidades. Según la invención se ha aumentado la anchura de desviación para extraer los filamentos a cualquier velocidad, incluso a altas velocidades de, por ejemplo, 35 m/min o más.

Con la desviación según la invención los filamentos se guían como banda ancha. Por tanto, el término "haz de filamentos" incluye bandas de filamentos que se han juntado, que en su sección transversal tienen una anchura y una altura, en los que la anchura es mayor que la altura.

La fórmula 1 anterior con Q igual a 15 o menor se refiere, en particular, a la desviación en el baño de coagulación, en el que los hilos son particularmente susceptibles a las influencias de fricción indicadas en el sumario debido al templado y a las condiciones de hinchado. El baño de coagulación forma parte de la zona de tratamiento de los

filamentos extrudidos. En el procedimiento de Lyocell los filamentos todavía no han alcanzado su estructura y estabilidad definitivas. La estructura y la estabilidad cambian en primer lugar debido a un estiramiento (principalmente en el intersticio de gas) y al intercambio de disolvente (principalmente en el baño de coagulación). Incluso después de la salida del baño de coagulación pueden seguir produciéndose cambios en el material, de modo que la trayectoria de los filamentos/productos extrudidos entre la salida de la hilera y un lavado del disolvente de los filamentos/productos extrudidos, incluido un mecanismo de extracción, se denomina zona de tratamiento. Como los filamentos extrudidos todavía no tienen su forma definitiva, en la zona de tratamiento también se denominan "productos extrudidos". Un mecanismo de extracción es un dispositivo que aplica las fuerzas de estiramiento necesarias para la formación del hilo y las fuerzas de fricción producidas sobre los filamentos/productos extrudidos durante el transporte de la hilera al mecanismo de extracción. Debido a las condiciones hidrodinámicas dentro del baño de coagulación, existe un riesgo muy elevado de que se produzcan enredos cuando se utilizan dispositivos de desviación accionados o de giro libre, de modo que dentro del baño de coagulación se emplean preferiblemente dispositivos de desviación fijos. Fuera del baño de coagulación, con dispositivos de desviación fijos, sólo debería producirse una desviación reducida o bien sólo deberían emplearse dispositivos de desviación de giro libre o accionados. En el caso de los dispositivos de desviación de giro libre o accionados los filamentos/productos extrudidos son menos susceptibles a los efectos de fricción, de modo que también se aplican menores anchuras de desviación  $L$ , en comparación con las calculadas según la fórmula 1. Sin embargo, además, se mantiene una cierta anchura, en particular para la desviación en el mecanismo de extracción, porque también en este caso aparecen efectos de fricción. El mecanismo de extracción tiene el objetivo de garantizar la velocidad de extracción necesaria en función del rendimiento por orificio (por abertura de extrusión). Un mecanismo de extracción transfiere la velocidad de extracción a los filamentos/productos extrudidos a través de dispositivos de desviación accionados o varios dispositivos de desviación, como rodillos o cilindros. En este caso, inicialmente se transmite la fuerza de desviación del rodillo a los filamentos/productos extrudidos situados por dentro, que a su vez transmiten la fuerza a los filamentos/productos extrudidos situados más hacia fuera. Por tanto, los filamentos/productos extrudidos situados por dentro se solicitan más que los externos, un desequilibrio que se minimiza según la invención manteniendo una anchura de desviación tal que los filamentos/productos extrudidos situados por dentro sólo se solapan con un número limitado de filamentos/productos extrudidos situados por fuera, con lo que se mantiene un funcionamiento rápido y eficaz. Las aberturas de extrusión pueden ser perforaciones u orificios en una placa de extrusión, así como capilares. Para todas estas posibilidades, el número de aberturas de extrusión también se denomina número de orificios. La extracción puede realizarse en un espacio de gas, en el que entran los filamentos tras salir del baño de coagulación.

Según la invención se denomina dispositivo de desviación a una parte de la máquina que permite un cambio de dirección de productos extrudidos individuales, de cortinas de productos extrudidos o de haces de productos extrudidos, a este respecto la anchura de desviación  $L$  de la propia cortina desviada no se ve afectada preferiblemente por el propio dispositivo de desviación.

En principio este tipo de dispositivos de desviación pueden estar realizados como dispositivo de desviación rígido o dispositivo de desviación giratorio. Los dispositivos de desviación giratorios pueden estar realizados con o sin accionamiento. Los dispositivos de desviación giratorios tienen la ventaja de que pueden aparecer fuerzas de fricción reducidas entre el producto extrudido y el dispositivo de desviación y, así, puede producirse una desviación extremadamente suave, con la excepción de una desviación en un mecanismo de extracción al transmitir fuerzas del dispositivo de desviación a los filamentos/productos extrudidos. Sin embargo, la desventaja de los dispositivos de desviación giratorios es que debido a la pegajosidad de los productos extrudidos individuales pueden quedar adheridos al dispositivo de desviación giratorio, con lo que pueden aparecer enredos, desgarros y otras alteraciones. También resulta problemático el uso de dispositivos de desviación giratorios en líquidos (en el baño de coagulación), porque debido a los vórtices hidrodinámicos en la zona de la superficie de desviación, existe un riesgo muy elevado de que los productos extrudidos individuales se vean arrastrados por estos vórtices en la circunferencia del dispositivo de desviación, con lo que pueden producirse enredos, desgarros y otras alteraciones.

Para el uso en líquidos de baño de hilatura pero también en el caso de cortinas de productos extrudidos o haces pegajosos, húmedos o que se adhieran de otro modo se prefieren dispositivos de desviación rígidos, por ejemplo en forma de varillas, bobinas, dispositivos de desviación de jaula o de cualquier otra forma.

Como materiales para los dispositivos de desviación rígidos se consideran todos los materiales que presenten valores de rozamiento por deslizamiento lo más bajos posible. Además de metales con y sin revestimiento también es posible la cerámica textil o el plástico.

Preferiblemente se utiliza un dispositivo de desviación en el baño de coagulación. También son posibles dos o más dispositivos de desviación en el baño de coagulación, con lo que son posibles mayores posibilidades de elección para (mayores) ángulos de desviación  $B$  por cada dispositivo de desviación. Según la invención la fórmula 1 la cumple el primer, preferiblemente también el segundo o también cada dispositivo de desviación en el baño de coagulación. En este sentido, "primer", "segundo", etc. se refiere a la proximidad del procedimiento de extrusión y al orden con el que los filamentos/productos extrudidos pasan por los dispositivos de desviación.

También tras el baño de coagulación en la zona de tratamiento los filamentos/productos extrudidos se mantienen con una cierta anchura de desviación como banda, porque también en este caso, en particular en un mecanismo de extracción, actúan fuerzas de fricción, que podrían producir daños durante la desviación. No obstante, la anchura de desviación tras el baño de coagulación puede ser menor que en el baño de coagulación, porque los efectos negativos sobre la estabilidad del filamento por temperatura e hinchamiento pueden ser menores. Preferiblemente, según la invención, se produce una desviación fuera del baño de coagulación al menos con una anchura de desviación  $L_{\text{exterior}}$ , que es  $L$  según la fórmula 1 (siendo  $Q$  menor o igual que 15) dividido por 30, preferiblemente dividido por 20, preferiblemente dividido por 10, en particular preferiblemente dividido por 5, y/o el haz de filamentos se mantiene a esta anchura  $L_{\text{exterior}}$  (también entre la desviación), al menos hasta un mecanismo de extracción y/o un dispositivo de lavado. Alternativamente  $L_{\text{exterior}}$  puede calcularse según la fórmula 1, en la que puede emplearse un valor mayor para  $Q$ , concretamente en este caso  $Q$  puede asumir un valor de hasta 300 o hasta 250, por ejemplo 10-300 o 40-250. En un dispositivo de lavado el haz de filamentos suele abrirse en abanico aún más para favorecer el proceso de lavado.  $L_{\text{exterior}}$  también puede ser al menos  $L$  según la fórmula 1 (con  $Q$  de hasta 15), por ejemplo en la operación de lavado.

$L_{\text{exterior}}$  (anchura de desviación o banda fuera del baño de coagulación) también puede definirse independientemente de  $L$  según la fórmula 1. Preferiblemente se selecciona  $L_{\text{exterior}}$  de tal modo que con la velocidad de extracción dada se obtiene una densidad de filamento por mm de anchura de desviación de como máximo 7000 dtex/mm, preferiblemente de como máximo 6000 dtex/mm, como máximo 5000 dtex/mm, en particular preferiblemente de como máximo 4000 dtex/mm.

Esta anchura de desviación o banda fuera del baño de coagulación,  $L_{\text{exterior}}$ , se mantiene preferiblemente en la desviación inmediatamente siguiente tras la salida de los filamentos/productos extrudidos del baño de coagulación, porque en este caso los filamentos/productos extrudidos son aún más sensibles, y/o se mantiene en el mecanismo de extracción, porque en este caso, debido a una transmisión de fuerzas, los filamentos/productos extrudidos se ven particularmente afectados. Preferiblemente los haces de filamentos se mantienen siempre al menos a la anchura  $L_{\text{exterior}}$  después de salir del baño de coagulación en toda la zona de tratamiento o durante todo el proceso de transformación de los filamentos/productos extrudidos hasta el corte y/o bobinado de los productos finales. El proceso de transformación suele incluir las siguientes áreas: hilado en el baño de coagulación (como anteriormente), salida del baño de coagulación, extracción mediante un mecanismo de extracción, lavado, secado, bobinado y/o corte de los filamentos como productos finales.

Alternativa o adicionalmente un procedimiento de hilatura, incluido el procesamiento adicional, puede presentar las etapas siguientes: extrusión a través de una hilera, paso de los filamentos/productos extrudidos a través de un intersticio de gas (en el que preferiblemente se inyecta un flujo de gas, véase más abajo) a un baño de coagulación (baño de precipitación), desviación de los filamentos/productos extrudidos en el baño de precipitación, preferiblemente a través de un dispositivo de desviación colocado opuesto a la hilera, salida de los filamentos/productos extrudidos coagulados del baño de coagulación, desviación de los filamentos/productos extrudidos fuera del baño de coagulación y sin agrupación adicional con filamentos/productos extrudidos coagulados adicionales, alimentación de los filamentos/productos extrudidos a un mecanismo de extracción (también denominado elemento de extracción o dispositivo de extracción) y/o dispositivo de estiramiento, y guiado adicional hacia una unidad de recepción de filamentos y/o mecanismo de estiramiento, lavado, secado y, opcionalmente, etapas adicionales según se prefiera. El dispositivo según la invención tiene unos aparatos correspondientes para ello. En una forma de realización adicional el procedimiento puede presentar las etapas siguientes: extrusión a través de una hilera, paso de los filamentos/productos extrudidos a través de un intersticio de gas (en el que preferiblemente se inyecta un flujo de gas, véase más abajo) a un baño de coagulación, desviación fuera del baño de coagulación, agrupación o unión con filamentos/productos extrudidos adicionales, alimentación de los filamentos/productos extrudidos a uno o varios mecanismos de extracción, lavado, secado y, opcionalmente, etapas adicionales, o aparatos para ello, según se prefiera.

Algunas etapas pueden combinarse: así es posible realizar el lavado en el mecanismo de extracción. En cada una de las etapas es posible aplicar las formas de realización preferidas o descritas en detalle mencionadas en este caso. Del mismo modo, en un mecanismo de extracción pueden combinarse cilindros o rodillos accionados con cilindros o rodillos no accionados, como se describe, por ejemplo, en el documento CN 105887226 (A). En el mecanismo de extracción también puede llevarse a cabo un tratamiento térmico, como un secado, por ejemplo, como se describe en el documento CN 205133803 U. Al iniciar el procedimiento puede utilizarse una ayuda a la hilatura, como se describe en el documento CN205258674 U; no obstante, esto es sólo una ayuda y no es imprescindible.

Pueden preverse etapas o aparatos adicionales para ello. Así, por ejemplo, puede producirse un secado tras el lavado, o tras la planta de lavado puede preverse una secadora, pudiendo preverse antes del secado/secadora una o varias etapas de tratamiento adicionales como, por ejemplo, el acabado de los filamentos/productos extrudidos o un dispositivo de acabado. Además también pueden realizarse otras etapas de proceso como teñido, reticulación, tratamientos con ultrasonidos antes del secado; o preverse dispositivos o aparatos para ello.

En cualquier punto del proceso hasta el secado, puede interponerse preferiblemente un dispositivo de corte (para cortar) o un dispositivo de bobinado (para bobinar) para, a partir de los filamentos continuos, producir fibras cortadas o hilos continuos.

- 5 Preferiblemente en el mecanismo de extracción se ejerce una fuerza de tracción sobre los filamentos/productos extrudidos inferior o igual a 3 cN/dtex, preferiblemente inferior o igual a 2 cN/dtex o menor o igual a 1,5 cN/dtex.

- 10 Los haces de filamentos de varios puntos de hilatura pueden combinarse para dar un haz global combinado. Dicha combinación se produce habitualmente inmediatamente después de o a la salida del baño de coagulación, para que los componentes de la planta conectados aguas abajo, como los dispositivos de extracción o lavado, puedan aplicarse al haz global. En este caso, la anchura  $L$  o  $L_{\text{exterior}}$  se indica generalmente con referencia a un punto de hilatura y se amplía de manera correspondiente tras la combinación.  $L_{\text{exterior}}$  puede ascender, por ejemplo, por punto de hilatura al menos a 8 mm, por ejemplo a de 8 mm a 100 mm, preferiblemente a de 12 mm a 70 mm.

- 15 El dispositivo de agrupación hace referencia a un componente de máquina, que reduce la anchura de desviación de la cortina de producto extrudido por la forma geométrica del dispositivo de agrupación y, de este modo, a partir de una cortina plana o de forma tubular o también redonda o de cualquier otra forma, de productos extrudidos forma un haz de producto extrudido. Opcionalmente, a través del dispositivo de agrupación también se fuerza un cambio de dirección del haz de producto extrudido formado. Así, el dispositivo de agrupación también puede ser un dispositivo de desviación, al cual se aplican las normas y las formas de realización preferidas según la invención. De manera análoga a la descripción del dispositivo de desviación, los dispositivos de agrupación pueden estar realizados de manera rígida o giratoria. Pueden utilizarse los mismos materiales. Para su uso en líquidos de baño de hilatura aunque también con cortinas o haces de productos extrudidos pegajosos, húmedos o que se adhieren de otro modo se utilizan preferiblemente dispositivos de agrupación rígidos en forma de varillas, bobinas, dispositivos de desviación de jaula, ganchos, ojales, guías en U o dispositivos realizados de cualquier otra forma.

- El factor de carga  $Q$  es una medida empírica para los filamentos situados uno sobre otro en el dispositivo de desviación. Cuanto menor sea, más suave será el procedimiento.  $L$  tiene que seleccionarse cuanto mayor sea.  $Q$  debe ser 15 o menor en el baño de coagulación, preferiblemente  $Q$  es 12 o menor, preferiblemente 8 o menor o 5 o menor. En conjunción con esto  $Q$  es 2 o mayor, preferiblemente 3 o mayor o 4 o 5 o mayor, siendo en particular preferiblemente  $Q$  de 2 a 15 o más preferiblemente de 4 a 12. Posibles valores para  $Q$  son 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 o cualquier valor intermedio. Como se mencionó anteriormente, fuera del baño  $Q$  puede ser mayor. En este sentido, para  $L$  se utiliza el término  $L_{\text{exterior}}$  con  $Q$  de hasta 300. Si no se indica lo contrario,  $Q$  se refiere a una desviación en el baño de coagulación.

- 35 El número de aberturas de extrusión (también denominado número de orificios, abreviado "LZ") determina el número de filamentos que tienen que desviarse. El procedimiento según la invención está diseñado en particular para tamaños grandes, utilizables industrialmente. Preferiblemente el número de aberturas de extrusión LZ es de 2000 o mayor, preferiblemente 5000 o mayor o 10000 o mayor. Independientemente de esto o en combinación LZ puede ser de 500000 o menor, preferiblemente 200000 o menor, 100000 o menor o 50000 o menor. Cuando tienen que producirse mayores cantidades de producto y, por tanto, un mayor número de filamentos al mismo tiempo, pueden utilizarse varios dispositivos de extrusión según la invención para producir varios haces o cortinas de filamentos paralelos, opcionalmente en un baño de coagulación común o incluso con un dispositivo de desviación común. Los números de orificios indicados anteriormente se refieren a un haz o a un grupo de filamentos, que se desvía y agrupa en conjunto.

- El ángulo de desviación  $B$  se obtiene a partir del ángulo, encerrado por los filamentos alimentados al dispositivo de desviación y los filamentos desviados (véanse las figuras). Un ángulo más agudo ejerce fuerzas de cizallamiento y de fricción más elevadas sobre los filamentos. Cuando más agudo sea el ángulo, mayor será el aumento de  $L$  (permaneciendo invariables los demás parámetros de la fórmula 1). Preferiblemente el ángulo de desviación  $B$  es un ángulo de  $10^\circ$  a  $90^\circ$ , preferiblemente  $20^\circ$  a  $60^\circ$  o  $25^\circ$  a  $45^\circ$ . Salvo indicación contraria, el ángulo  $B$  se refiere a una desviación en el baño de coagulación. Por fuera, por ejemplo en un mecanismo de extracción y/o durante el lavado, el ángulo de desviación puede ascender a de  $0^\circ$  a  $150^\circ$ , en particular cualquier ángulo dentro de este intervalo como se ha especificado, por ejemplo, para los ángulos en el baño de coagulación.

- 55 Según la invención, las grandes anchuras de desviación  $L$  permiten velocidades de extracción elevadas. Los filamentos se arrastran a través del baño de coagulación generalmente con ayuda de un mecanismo de extracción. El propio mecanismo de extracción suele estar situado fuera del baño de coagulación, aguas abajo del dispositivo de desviación y opcionalmente también del dispositivo de agrupación. Según la velocidad de extracción se selecciona una anchura de desviación  $L$  correspondiente. Preferiblemente la velocidad de extracción (en el dispositivo de desviación) es de al menos 35 m/min. La velocidad de extracción  $v$  puede ser de 36 m/min o mayor, preferiblemente de 40 m/min o mayor o 45 m/min o 50 m/min o mayor. Independientemente de esto o en combinación, la velocidad de extracción  $v$  puede ser de 200 m/min o menor o 150 m/min o menor.

- 65 En el procedimiento según la invención se emplea como fluido un medio de extrusión. Preferiblemente se trata de una solución o mezcla de celulosa y otros componentes del medio, como disolventes. La concentración de celulosa

se selecciona en cantidades habituales para los procedimientos de Lyocell. Así, la concentración de celulosa del fluido extrudido  $c_{\text{cel}}$  puede ser del 4% al 23%, preferiblemente del 6% al 20%, en particular del 8% al 18% o del 10% al 16% (todos los porcentajes se refieren a % en masa). En el procedimiento de Lyocell el medio de extrusión es habitualmente una solución o masa fundida de celulosa con NMMO (N-metilmorfolina-N-óxido) y agua, como se describió al principio. También pueden utilizarse otras soluciones de celulosa, en particular disolventes iónicos de celulosa. En el documento WO 2006/000197 A1 se describen, por ejemplo, disolventes iónicos y preferiblemente incluyen cationes orgánicos, como por ejemplo cationes de amonio, pirimidio o imidazolio, preferiblemente haluros de 1,3-dialquil-imidazolio. En este caso también se utiliza preferiblemente agua como aditivo disolvente. En particular se prefiere una solución de celulosa y butil-3-metilimidazolio (BMIM), por ejemplo con cloruro como contraión (BMIMCl), o 1-etil-3-metil-imidazolio (también preferiblemente como cloruro) y agua.

La etapa del paso de los filamentos fluidos a través de un intersticio de gas en el procedimiento según la invención o el intersticio de gas en el dispositivo según la invención es opcional, es decir, puede realizarse/estar disponible o no. Esta etapa/este medio diferencia entre una hilatura en húmedo y una hilatura en seco-húmedo. Durante la hilatura en húmedo los filamentos se introducen directamente en el baño de coagulación. Durante la hilatura en seco-húmedo está disponible el intersticio de gas y los filamentos pasan por el mismo sólo antes de que se introduzcan en el baño de coagulación.

En el intersticio de gas puede inyectarse opcionalmente un flujo de gas (y preferiblemente se hace, en particular en el caso de plantas grandes, de relevancia industrial) o en el dispositivo se prevé un soplador para ello. El flujo de gas inyectado tiene preferiblemente una temperatura de 5°C a 65°C, preferiblemente de 10°C a 40°C. El fluido de material puede extruirse a una temperatura de 75°C a 160°C. Preferiblemente el intersticio de gas presenta una menor temperatura que la del fluido de material extrudido. En particular se conduce un flujo de gas en el intersticio de gas a una menor temperatura que la del fluido de material extrudido.

Las posibles longitudes del intersticio de gas, es decir, la distancia entre las aberturas de extrusión y el baño de coagulación, o el recipiente para ello como una cuba, se sitúan preferiblemente entre 10 mm y 200 mm, en particular entre 15 mm y 100 mm, o entre 20 mm y 80 mm. Preferiblemente es de al menos 15 mm. El gas en el intersticio de gas es preferiblemente aire. El flujo de gas es preferiblemente un flujo de aire. También son posibles otros gases inertes. Un gas inerte es un gas que no reacciona químicamente con los filamentos fluidos en el intersticio de gas y preferiblemente tampoco con el medio de solidificación, como agua o una solución diluida de NMMO en agua u otros componentes disolventes, dependiendo del medio de extrusión utilizado.

En la hilatura en húmedo la zona de tratamiento está compuesta esencialmente por recipientes de líquido, embudos de líquido o canales de líquido. Los productos extrudidos que salen de la hilera se introducen directamente en el líquido del baño de hilatura para su precipitación y/o enfriamiento. Los productos extrudidos húmedos (precipitados y/o enfriados) se alimentan al mecanismo de extracción a través de baños de lavado y/o a través de un espacio de gas o de aire.

En la hilatura en seco-húmedo la zona de tratamiento está compuesta esencialmente por un intersticio de gas o de aire y recipientes de líquido, embudos de líquido o canales de líquido dispuestos aguas abajo. Los productos extrudidos que salen de las aberturas de extrusión pasan por un intersticio de gas y, a continuación, por un baño de coagulación, también denominado baño de hilatura. Los productos extrudidos húmedos (precipitados y/o enfriados) se alimentan al mecanismo de extracción a través de uno o varios baños de lavado y/o a través de un espacio de gas o de aire.

En el procedimiento de hilatura en húmedo o en seco-húmedo, se producen turbulencias y vórtices a mayor velocidad debido a las operaciones de desplazamiento y arrastre entre el líquido del baño de coagulación y los productos extrudidos. Además, en los puntos de desviación con dispositivos de desviación rígidos, también existe el riesgo de que se produzca una marcha en seco en los puntos de contacto entre el producto extrudido y el dispositivo de desviación. El riesgo de la marcha en seco será mayor cuanto mayor sea la velocidad de extracción y cuanto más se presionen las cortinas o los haces de producto extrudido contra el dispositivo de desviación.

Preferiblemente las aberturas de extrusión están dispuestas de forma alargada para formar los filamentos extrudidos en una geometría que resulta conveniente para una desviación y agrupación durante la desviación. Por tanto, la dirección longitudinal de la disposición de las aberturas de extrusión corresponde preferiblemente también a una dirección longitudinal del dispositivo de desviación. Por tanto, esta dirección longitudinal del dispositivo de desviación corresponde preferiblemente a un eje de desviación (o sigue varios ejes de desviación con dispositivos de desviación curvos). Posibles formas de disposición de las aberturas de extrusión son una forma rectangular, una forma curva, forma anular o forma de segmento anular. La forma alargada puede tener una relación de longitud con respecto a anchura de 100:1 a 2:1, preferiblemente de 60:1 a 5:1 o de 40:1 a 10:1.

Las aberturas de extrusión tienen preferiblemente un diámetro de 30  $\mu\text{m}$  a 200  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 50  $\mu\text{m}$  a 150  $\mu\text{m}$  o de 60  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ . Esto permite la producción de filamentos adecuados para materiales textiles (tejidos y no tejidos).

Preferiblemente el rendimiento de extrusión se ajusta de tal modo que a la velocidad de extracción dada se obtiene una finura de fibra de las fibras individuales de 1,3 dtex  $\pm$  50%, preferiblemente  $\pm$  25% o  $\pm$  10%. El rendimiento de extrusión puede ajustarse mediante la presión de la masa extrudida, es decir, de la solución de celulosa. Posibles presiones son, por ejemplo, 5 a 100 bares, preferiblemente 8 a 40 bares.

También en el sentido de una característica principal diferenciada de la invención independientemente de la fórmula 1 se prefiere en particular una anchura de desviación L amplia. Dependiendo de la fórmula 1 o independientemente de la misma, las aberturas de extrusión pueden estar dispuestas en una longitud LL, siendo según esta característica de la invención la anchura de desviación L al menos de un 70%, preferiblemente al menos de un 80% o también al menos de un 90%, de la longitud LL. La anchura de desviación también puede ser igual a la longitud LL o incluso mayor, como por ejemplo del 110% de la longitud LL o mayor.  $L_{\text{exterior}}$  es preferiblemente al menos un 1%, al menos un 3%, preferiblemente al menos un 5% o incluso al menos un 10%, de la longitud LL. Con fines de agrupación  $L_{\text{exterior}}$  es preferiblemente como máximo un 50% de la longitud LL. Todos los parámetros del procedimiento y ajustes del dispositivo correspondientes según la invención pueden combinarse entre sí. Por ejemplo, una combinación particularmente preferida es una velocidad de extracción v de 40 m/min a 150 m/min y un factor de carga Q de 4 a 13 o de 5 a 12. Por supuesto, también son posibles todos los valores aquí descritos dentro de estos intervalos o fuera de los mismos.

Ejemplos:

La zona de tratamiento de líquidos en el procedimiento de hilatura en seco-húmedo puede estar configurada de diferente manera, mediante las figuras 1, 2a, 2b, 2c, 3a y 3b se describen algunas variantes. En la tabla 1 se indican parámetros experimentales y resultados: en la figura 1 se representa una primera configuración de la zona de tratamiento de líquidos como embudo de hilatura. En esta variante se alimenta el líquido del baño de hilatura a través de un punto de alimentación (1) a un recipiente (6) con forma de embudo. El recipiente (6) con forma de embudo dispone en el extremo inferior de una abertura de fondo. A través de un dispositivo de agrupación insertado en la abertura de fondo se descarga una parte del baño de hilatura alimentado junto con los productos extrudidos (4) que han pasado de arriba abajo a través del embudo de hilatura. A través de un borde de rebose (3) se evacúa la parte sobrante del baño de hilatura. El borde de rebose (3) también sirve para ajustar el intersticio de aire (7). Los productos extrudidos que salen de la hilera (5) se agrupan discurrendo verticalmente hacia abajo y salen del embudo de hilatura a través de un dispositivo de agrupación. La sección transversal del dispositivo de agrupación puede estar configurada de manera redonda, ovalada, poligonal o en forma de ranura.

A partir de la distancia normal (H) entre la salida de la boquilla (5) y el dispositivo de agrupación así como las relaciones geométricas dadas de la boquilla (5) se obtiene un ángulo de desviación (B). La anchura de desviación (L) es aquel segmento del dispositivo de desviación (2) en el que efectivamente se apoyan los productos extrudidos y se desvían o agrupan. En el caso de un dispositivo de agrupación toroidal, la anchura de desviación (L) se obtiene a partir del producto del diámetro de agrupación (D) y del número Pi (3,1415...). El ángulo de desviación (B) se obtiene a partir de las relaciones geométricas seleccionadas. La anchura de desviación (L) necesaria mínima se calcula por medio de la fórmula 1.

En las figuras 2a, 2b, 2c, 3a y 3b se representa una zona de tratamiento de líquidos como cuba de hilatura. En estas variantes el líquido del baño de hilatura (líquido de coagulación) se alimenta a través de un punto de alimentación (1) a un recipiente (8) con una forma de cuba aleatoria. A través de un borde de rebose (3) vuelve a evacuarse el líquido del recipiente. El borde de rebose (3) también sirve para ajustar el intersticio de aire (7). En el interior de la cuba de hilatura (8) está colocado un dispositivo de desviación (2) y/u, opcionalmente, un dispositivo de agrupación. Los productos extrudidos (4) que salen de la hilera (5) se introducen en la cuba (8) verticalmente hacia abajo. En el dispositivo de desviación (2) situado en la cuba del baño de hilatura se desvían los productos extrudidos (4), en caso necesario también se agrupan, salen por arriba del baño de hilatura y se alimentan a las etapas de tratamiento adicionales. El dispositivo de desviación o agrupación puede tener una sección transversal redonda, ovalada o poligonal. A modo de ejemplo, un dispositivo de desviación (2) también puede ser un cilindro de jaula o varilla compuesto por varias varillas, también es posible un cilindro de desviación con nervios dispuestos transversalmente al sentido de transporte del producto extrudido. Según otra forma de realización, el dispositivo de desviación (2) también puede estar configurado de manera cóncava en la dirección axial para, además de la desviación de los productos extrudidos (4), también dar lugar a una agrupación en una hebra de producto extrudido. Como los elementos giratorios en el líquido del baño de hilatura provocan inevitablemente turbulencias en el baño de hilatura y, por consiguiente, enredos, desgarros y otros daños, los dispositivos de desviación (2) en el baño de hilatura están configurados en general preferiblemente como dispositivos de desviación rígidos.

La distancia normal (H) entre la salida de la boquilla (5) y el dispositivo de agrupación se ajusta de tal modo que el ángulo de extracción de boquilla tenga un valor menor de 45°, menor de 30°, menor de 15° o preferiblemente menor de 10°. Con esta medida se garantiza que los productos extrudidos puedan extraerse con cuidado y con poca desviación del canal de boquilla. Dependiendo de la distancia normal (H) y el ángulo de extracción de boquilla, con unas relaciones geométricas dadas, se ajusta el ángulo de desviación (B). La anchura de desviación (L) es aquella parte de la longitud del dispositivo de desviación (2) en la que se apoyan directamente los productos extrudidos y se desvían o agrupan, en el caso de un dispositivo de desviación (2) curvo (cóncavo) se trata, por tanto de la longitud

estirada de la línea de contacto ocupada por los productos extrudidos. El ángulo de desviación (B) se obtiene a partir de las relaciones geométricas seleccionadas. La anchura de desviación (L) mínima se calcula por medio de la fórmula 1.

- 5 La figura 2a muestra un sistema de cuba de hilatura, combinado con una disposición de las aberturas de extrusión (en la extrusora, hilera) en una forma rectangular. Para el sistema de cuba con boquilla rectangular son más bien típicos pequeños ángulos de desviación (B) con una gran anchura de desviación (L).

- 10 La figura 2b muestra un sistema de cuba de hilatura, combinado con una disposición de aberturas de extrusión en forma anular. A diferencia del sistema con boquilla rectangular (figura 2a), en esta forma de realización aparecen inconvenientes. El ángulo de extracción de boquilla es significativamente mayor con respecto a la realización de boquilla rectangular según la figura 2a, con lo que ya no se produce una extracción suave del canal de boquilla. Por tanto, en particular con diámetros de boquilla anular grandes es necesario aumentar significativamente la distancia normal (H) entre la boquilla y el dispositivo de desviación (2). Como en el caso de las boquillas anulares grandes la distancia normal (H) necesaria puede ascender a más de 1 metro, la accesibilidad manual al dispositivo de desviación (2) es más difícil, además las fuerzas de fricción elevadas entre los productos extrudidos y el baño de coagulación tienen un efecto negativo sobre la tensión global en el haz de filamentos. Otro inconveniente de la realización según la figura 2b es el requisito de que con una boquilla anular en el baño de hilatura no sólo tiene que hacerse una desviación sino también una agrupación para poder proporcionar las mismas condiciones a todos los productos extrudidos dispuestos de forma anular. Para el sistema de cuba con boquilla anular y agrupación céntrica en el baño de hilatura son típicos más bien ángulos de desviación (B) pequeños con una menor anchura de desviación (L).

- 25 La figura 2c muestra un sistema de cuba de hilatura, combinado con una hilera en forma anular, en el que la desviación de la cortina anular de producto extrudido se produce a través de un dispositivo de desviación (2) toroidal con un ángulo de desviación (B') y la cortina desviada de producto extrudido se guía a lo largo del eje central de la boquilla anular en vertical hacia arriba desde el baño de hilatura. Por encima de la boquilla anular y, por tanto, fuera del baño de hilatura, la cortina de producto extrudido puede agruparse en un ángulo de desviación (B'') ventajosamente grande. Como la agrupación o desviación se produce fuera del líquido del baño de hilatura, la agrupación o desviación también puede implementarse con cilindros de giro libre, con lo que no puede aparecer ninguna fricción por deslizamiento entre el haz de producto extrudido y el dispositivo de desviación (2). Otra forma de realización para la agrupación por encima de la boquilla de hilatura anular, de manera similar al embudo de hilatura, es prever un dispositivo de agrupación (9) toroidal y, opcionalmente, aguas abajo, instalar un cilindro de desviación de giro libre. Con un sistema según la figura 2c pueden eliminarse muchos inconvenientes de los que presenta un sistema según la figura 2b. El ángulo de extracción de boquilla (A) está muy reducido con respecto a la realización de boquilla anular según la figura 2b, con lo que se produce una extracción suave desde la boquilla. Incluso con boquillas grandes la distancia normal (H) puede mantenerse reducida, con lo que se permite la accesibilidad manual al dispositivo de desviación (2). No es necesaria una agrupación de la cortina de producto extrudido en el baño de hilatura. Para el sistema de cuba con boquilla anular y dispositivo de desviación (2) toroidal en el baño de hilatura son típicos más bien ángulos de desviación (B) pequeños con una anchura de desviación (L) grande.

- 45 La figura 3a muestra un ejemplo comparativo en forma de sistema de cuba de hilatura, combinado con una boquilla rectangular, en el que la cortina de producto extrudido se desvía 2 veces en la cuba de hilatura. La primera operación de desviación, visto en el sentido de producción, está diseñada de manera análoga a la realización según la figura 2a, la segunda desviación sirve para un cambio adicional de dirección y al mismo tiempo para agrupar la cortina de producto extrudido para formar una hebra de producto extrudido. Para el sistema de desviación representado con agrupación son más bien típicos ángulos de desviación (B) moderados con una menor anchura de desviación (L) debido a la agrupación. Por la fuerte agrupación fue necesario seleccionar un elevado número de carga de 20. El comportamiento de hilatura resultó insatisfactorio.

- 55 La figura 3b muestra un sistema de cuba de hilatura como se representa en la figura 3a, no obstante la segunda desviación se dimensionó basándose en un número de carga significativamente menor (ninguna agrupación o agrupación reducida). A través de la mayor longitud (L) del dispositivo de desviación (2), a diferencia de la realización según la figura 3a, pudo alcanzarse un comportamiento de hilatura muy satisfactorio.

- Después de salir del baño de coagulación, los haces se llevan a una extracción y lavado común a través de un mecanismo de extracción y una unidad de lavado, que también pueden combinarse entre sí. El primer mecanismo de extracción después del baño se encarga de la velocidad de extracción de los hilos durante la hilatura. La figura 4 muestra un posible mecanismo de extracción, mostrándose en este caso esquemáticamente 5 cilindros, 3 con motor ("M" en el círculo). Puede emplearse cualquier número de cilindros, adaptado al sistema, por ejemplo son habituales de 1 a 60. En este caso, en los cilindros se desvían los haces con un ángulo B de 0° a 150°. Preferiblemente también en este caso se mantiene la anchura de los haces de filamentos según la fórmula 1, pudiendo ser Q mayor que en el baño de coagulación, por ejemplo de 40 a 300. Pueden accionarse todos los cilindros o sólo algunos de los cilindros. Todos los cilindros accionados pueden accionarse en conjunto o por separado. En el caso de un lavado simultáneo es recomendable una velocidad diferente, al menos de la rotación de la superficie del cilindro, con

cilindros igual de grandes también de la velocidad de rotación de los propios cilindros, porque durante el lavado los filamentos pierden disolvente y encogen. El proceso de encogimiento debe representarse mediante velocidades decrecientes para que los filamentos no se rompan. Cilindros no accionados pueden ser cilindros de giro libre. En el caso de los cilindros accionados se produce una adherencia entre los filamentos y el cilindro; en el caso de cilindros no accionados, una fricción por deslizamiento entre el filamento y el cilindro.

Tabla 1

| Figura                                                                                                                                                                                 | Ejemplo | Tipo de boquilla     | Número de orificios [piezas] | Concentración de celulosa | Velocidad de extracción | Sistema de baño de hilatura | Ángulo de desviación en el baño de precipitación | Número de carga seleccionado | Anchura de desviación mínima necesaria | Anchura de desviación seleccionada | Desviación | Dispositivo de desviación          | Título | Comportamiento de hilatura *) | Observaciones                                                                           |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|----------------------|------------------------------|---------------------------|-------------------------|-----------------------------|--------------------------------------------------|------------------------------|----------------------------------------|------------------------------------|------------|------------------------------------|--------|-------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                                                                                                                                                        |         |                      | LZ                           | C <sub>cel</sub> [%]      | V [m/min]               |                             | B [°]                                            | Q                            | L [mm]                                 | L [mm]                             |            |                                    | dtex   |                               |                                                                                         |
| Fig. 1                                                                                                                                                                                 | 1       | Boquilla redonda     | 12078                        | 12                        | 60                      | Embudo                      | 165                                              | 5,0                          | 18,2                                   | 40                                 | En húmedo  | Boca de salida                     | 1,3    | 2                             | Efectos hidrodinámicos a la salida del embudo impiden una mayor velocidad de extracción |
| Fig. 2a                                                                                                                                                                                | 2       | Boquilla rectangular | 34048                        | 12                        | 55                      | Cuba                        | 55                                               | 5,0                          | 280,6                                  | 400                                | En húmedo  | Varilla rígida recta               | 1,3    | 1                             |                                                                                         |
| Fig. 2b                                                                                                                                                                                | 3       | Boquilla anular      | 91680                        | 13                        | 30                      | Cuba                        | 35                                               | 12,0                         | 71,4                                   | 100                                | En húmedo  | Varilla cóncava curva (agrupación) | 1,3    | 1-2                           | L = longitud estirada de la varilla cóncava                                             |
| Fig. 2c                                                                                                                                                                                | 4       | Boquilla anular      | 91680                        | 13                        | 50                      | Cuba                        | 35                                               | 5,0                          | 614,9                                  | 1200                               | En húmedo  | Varilla (toro)                     | 1,3    | 1                             | L = longitud estirada del dispositivo de desviación toroidal                            |
| Fig. 3a                                                                                                                                                                                | 5       | Boquilla rectangular | 10808                        | 12                        | 60                      | Cuba                        | 95                                               | 20,0                         | 21,1                                   | 25                                 | En húmedo  | Bobina de cerámica rígida          | 1,3    | 2-3                           |                                                                                         |
| Fig. 3b                                                                                                                                                                                | 6       | Boquilla rectangular | 10808                        | 12                        | 60                      | Cuba                        | 95                                               | 5,0                          | 84,3                                   | 120                                | En húmedo  | Varilla rígida                     | 1,3    | 1                             |                                                                                         |
| *) Evaluación del comportamiento de hilatura:<br>1... Funcionamiento perfecto, calidad perfecta<br>2... Pequeñas alteraciones, desgarros, adherencias<br>3... Alteraciones recurrentes |         |                      |                              |                           |                         |                             |                                                  |                              |                                        |                                    |            |                                    |        |                               |                                                                                         |

Para preparar la solución de celulosa, alternativamente y en paralelo al método de Lyocell con NMMO/agua se preparó como disolvente una solución iónica. A este respecto, la celulosa del tipo de pulpa de eucalipto utilizada se suspendió en agua desalinizada. Tras la suspensión completa de las fibras de celulosa en el agua, el exceso de agua se separó por filtración y la torta de celulosa resultante se prensó hasta alcanzar una concentración de sólidos de aproximadamente el 50% de celulosa. Tras la deshidratación, la torta de celulosa se pasó por un rodillo de agujas y una trituradora para su desfibrado. La celulosa húmeda finamente desfibrada obtenida se introdujo en un flujo continuo en el líquido iónico acuoso de cloruro de 1-N-butil-3-metilimidazolio (BMIMCl), para producir la premezcla. Los mezcladores de capa anular y/o los mezcladores turbulentos son aparatos adecuados para este fin.

En la siguiente secuencia del proceso, la mezcla de agua, celulosa y BMIMCl se introdujo en una amasadora vertical de funcionamiento continuo del tipo Reactotherm de Buss-SMS-Canzler GmbH para preparar la solución de celulosa. Para la preparación de la solución de celulosa pueden utilizarse aparatos similares de la tecnología de amasado y reactores, así como todo tipo de extrusoras, procesadores de película fina de alta viscosidad, reactores de tanque agitado y/o reactores de disco, individualmente o en combinación en diferentes zonas del reactor y etapas del procedimiento. En esta amasadora Reactotherm de diseño vertical, la solución de celulosa pudo producirse

continuamente sin grumos mediante una acción intensiva de mezclado y amasado. Los tiempos de tratamiento en las zonas individuales del reactor, de 20 a 80 minutos, condujeron a la disolución completa de la celulosa.

- 5 Para controlar la seguridad del proceso, se añadieron otros estabilizadores a la mezcla acuosa de líquido iónico y celulosa para estabilizar el disolvente y evitar la degradación de la celulosa antes de la transferencia de la premezcla a la solución de celulosa. La premezcla producida de forma continua se convirtió en una solución altamente viscoelástica aplicando temperatura y presión negativa (vacío) y mediante cizallamiento. Las temperaturas aplicadas en cada etapa del procedimiento variaron entre 85°C y 150°C, con eliminación del exceso de agua a presión reducida entre 10 y 150 mbar. Las velocidades de cizallamiento aplicadas oscilaron entre 20 y 200 rpm para
- 10 homogeneizar la premezcla, manteniendo al mismo tiempo la potencia de cizallamiento y el par fijados. Esto garantizó que la celulosa se disolviera en el líquido iónico. La solución de celulosa resultante, muy viscosa, se sometió a otras etapas del proceso, como la desgasificación y la filtración antes de la hilatura. Para ajustar la calidad de la hilatura de celulosa correspondiente, la solución se alimentaba adicionalmente a través de uno o varios intercambiadores de calor de alta viscosidad de tipo Sulzer SMR/SMXL adaptados a las fases del procedimiento.
- 15 Además del ajuste de la temperatura, estos intercambiadores de calor también sirven para ajustar la viscosidad de hilatura deseada y el grado de polimerización de la celulosa. Por tanto, estos intercambiadores de calor se utilizaron para un ajuste eficaz de la temperatura, como el enfriamiento o el calentamiento de la solución de celulosa altamente viscosa, ya que permitían una mezcla eficaz y una transferencia de calor controlada.
- 20 La hilatura de la solución de celulosa en filamentos, así como el procesamiento adicional, se llevó a cabo según la invención, por lo que la solución de hilatura se alimentó por medio de una bomba de hilatura a un paquete de hilatura calentado compuesto por un filtro de hilatura, placas de distribución y la hilera. Las temperaturas de hilatura se situaron en el intervalo de 85°C-150°C, preferiblemente en el intervalo de 95°C-115°C. Se prestó atención a tiempos de residencia cortos bajo temperaturas elevadas en el sistema de proceso después de la etapa de preparación de la solución para adaptar la solución de celulosa a la velocidad de procesamiento y a la degradación no deseada de la celulosa.
- 25

El procedimiento de hilatura utilizado se describe según la invención y suele denominarse procedimiento de hilatura en seco-húmedo, en el que el intersticio de aire ajustable y regulable en altura está dispuesto entre la hilera y el

30 baño de coagulación acuoso que contiene el líquido iónico. El flujo de gas alimentado al intersticio de aire y que pasa a través de los filamentos se encuentra en un estado acondicionado y puede ser aire acondicionado u otro gas de hilatura inerte. Según la invención, los filamentos se guían a través del baño de coagulación, se extraen del baño y se alimentan a un tratamiento adicional como se ha descrito anteriormente. Los parámetros y las propiedades del producto de los experimentos con BMIMCl y NMMO como disolventes se resumen en la tabla 2.

35

Tabla 2:

|                                                |          | Líquido iónico (BMIMCl) | N-metil-morfolina-N-óxido (NMMO) |
|------------------------------------------------|----------|-------------------------|----------------------------------|
| Pulpa                                          |          | Eucalipto               | Eucalipto                        |
| DP-Cuoaxam                                     |          | 535                     | 646                              |
| Contenido en $\alpha$ celulosa                 | [-]      | 95,2                    | 94,8                             |
| Contenido del grupo carboxilo                  | [μmol/g] | 17                      | 27                               |
| Contenido del grupo carbonilo                  | [μmol/g] | 23                      | 29                               |
| Contenido en cenizas                           | [%]      | 0,4                     | 0,2                              |
| Blancura WCIE                                  | [-]      | 82                      | 84                               |
| Datos de la fibra                              |          |                         |                                  |
| Contenido sólido de celulosa en líquido iónico | [%]      | 13,27                   | 12,8                             |
| DP-Cuoxam                                      | [-]      | 521                     | 584                              |
| Viscosidad de cizallamiento cero a 85°C        | [Pas]    | 39.720                  | 19.250                           |
| Temperatura de la masa de hilatura             | [°C]     | 102                     | 95                               |
| Diámetro del orificio de la boquilla           | [μ]      | 90                      | 90                               |
| Presión de hilatura                            | [bar]    | 37                      | 27                               |
| Intersticio de aire                            | [mm]     | 43                      | 38                               |
| Temperatura del baño de hilatura               | [°C]     | 20                      | 18                               |
| Finura de la fibra                             | [dtex]   | 1,63                    | 1,71                             |

(continuación)

|                                          |          |      |      |
|------------------------------------------|----------|------|------|
| Resistencia al desgarro<br>acondicionada | [cN/tex] | 51,2 | 41,0 |
| Extensión acondicionada                  | [%]      | 13,9 | 15,2 |
| Módulo húmedo                            | [cN/tex] | 297  | 185  |
| Número de abrasión en<br>húmedo          | [U]      | 54   | 38   |

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de filamentos de celulosa sólidos a partir de un fluido de celulosa mediante extrusión del fluido a través de varias aberturas de extrusión, con lo que se forman filamentos fluidos, preferiblemente paso de los filamentos fluidos a través de un intersticio de gas, y consolidación de los filamentos en un baño de coagulación, en el que los filamentos se agrupan en el baño de coagulación y se desvían como haz para extraerse del baño de coagulación por encima del nivel del baño de coagulación, caracterizado por que el haz de los filamentos asume en un dispositivo de desviación (2) una anchura de desviación L, controlada según la fórmula:

$$L > (2 \times LZ \times \cos(B/2) \times v^{2,5}) / (10 \times c_{cel}^{0,5} \times Q)$$

en la que L es la anchura de desviación del haz en mm, LZ el número de aberturas de extrusión, B el ángulo de desviación calculado a partir de 180° menos el ángulo de envoltura de los filamentos alrededor del dispositivo de desviación (2) en grados, v la velocidad de extracción de los filamentos en metros por segundo,  $c_{cel}$  la concentración de celulosa del fluido extrudido en % en masa y Q un número de carga adimensional, en la que Q es 15 o menor.

2. Dispositivo para realizar un procedimiento según la reivindicación 1, con una placa de extrusión con varias aberturas de extrusión, un recipiente colector (8) para un baño de coagulación, preferiblemente con un intersticio de gas entre las aberturas de extrusión y el recipiente colector (8), un dispositivo de desviación (2) en el recipiente colector (8) para desviar un haz de filamentos desde el recipiente colector (8), y un dispositivo de agrupación (9), que condiciona una anchura de desviación L del haz de filamentos en el dispositivo de desviación (2), en el que el haz de filamentos asume en el dispositivo de desviación (2) una anchura de desviación L, que cumple la fórmula:

$$L > (2 \times LZ \times \cos(B/2) \times v^{2,5}) / (10 \times c_{cel}^{0,5} \times Q)$$

en la que L, LZ, B, v,  $c_{cel}$  y Q tienen el significado indicado en la reivindicación 1, en la que Q es 15 o menor y v es al menos 35 m/min.

3. Procedimiento o dispositivo según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que Q es 12 o menor, preferiblemente 8 o menor o 5 o menor y/o por que Q es 2 o mayor, preferiblemente 3 o mayor o 4, o 5 o mayor, en el que en particular preferiblemente Q es de 2 a 15 o mayor, preferiblemente de 4 a 12.

4. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el número de aberturas de extrusión LZ es de 2000 o mayor, preferiblemente 5000 o mayor o 10000 o mayor, y/o por que LZ es de 500000 o menor, preferiblemente 100000 o menor o 50000 o menor.

5. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el ángulo de desviación B es un ángulo de 10° a 90°, preferiblemente 20° a 60° o 25° a 45°.

6. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que la velocidad de extracción v es de 36 m/min o mayor, preferiblemente 40 m/min o mayor o 45 m/min o 50 m/min o mayor, y/o 200 m/min o menor o 150 m/min o menor.

7. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la concentración de celulosa del fluido extrudido  $c_{cel}$  es del 4% al 23%, preferiblemente del 6% al 20%, en particular del 8% al 18% o del 10% al 16% (todos los porcentajes en % en masa) y/o el fluido extrudido contiene celulosa, NMMO y agua o celulosa, un disolvente catiónico orgánico y agua.

8. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que en el intersticio de gas se inyecta un flujo de gas o en el dispositivo está previsto un soplador para ello, en el que el flujo de gas tiene preferiblemente una temperatura de 5°C a 65°C, preferiblemente de 10°C a 40°C.

9. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que las aberturas de extrusión están dispuestas de forma alargada, preferiblemente de forma rectangular, forma curva, forma anular o de segmento anular, en el que la forma alargada tiene preferiblemente una relación de longitud con respecto a anchura de 100:1 a 2:1, preferiblemente de 60:1 a 5:1 o de 40:1 a 10:1.

10. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por las etapas adicionales de la salida de los filamentos coagulados del baño de coagulación, desviación de los filamentos fuera del baño de coagulación, con o sin agrupación adicional con otros filamentos coagulados, alimentación de los filamentos a un mecanismo de extracción y/o un dispositivo de estiramiento, y guiado adicional a una unidad de recepción de filamentos, lavado y secado de los filamentos, en el que preferiblemente de manera opcional están previstas las etapas adicionales de: acabado, teñido, reticulación, tratamiento con ultrasonidos, corte y/o bobinado, en cada caso de los filamentos/productos extrudidos.

11. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que las aberturas de extrusión tienen un diámetro de 30 µm a 200 µm, preferiblemente de 50 µm a 150 µm o de 60 µm a 100 µm.

5 12. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por que las aberturas de extrusión están dispuestas en una longitud LL y la anchura de desviación L es de al menos el 80%, preferiblemente al menos el 90%, de la longitud LL.

10 13. Procedimiento para la producción de filamentos de celulosa sólidos a partir de un fluido de celulosa mediante extrusión del fluido a través de varias aberturas de extrusión, con lo que se forman filamentos fluidos, preferiblemente paso de los filamentos fluidos a través de un intersticio de gas y consolidación de los filamentos en un baño de coagulación, en el que los filamentos se agrupan en el baño de coagulación y se desvían como haz para extraerse del baño de coagulación por encima del nivel del baño de coagulación, caracterizado por que las aberturas de extrusión están dispuestas en una longitud LL y el haz de los filamentos asume en un dispositivo de desviación (2) una anchura de desviación L, que es al menos el 80% de la longitud LL.

15 14. Dispositivo para realizar un procedimiento según la reivindicación 13, con una placa de extrusión con varias aberturas de extrusión, un recipiente colector (8) para un baño de coagulación, preferiblemente un intersticio de gas entre las aberturas de extrusión y el recipiente colector (8), un dispositivo de desviación (2) en el recipiente colector (8) para desviar un haz de filamentos desde el recipiente colector (8), y un dispositivo de agrupación (9), que condiciona una anchura de desviación L del haz de filamentos en el dispositivo de desviación (2), caracterizado por que las aberturas de extrusión están dispuestas en una longitud LL y el haz de los filamentos asume en el dispositivo de desviación (2) una anchura de desviación L de al menos el 80% de la longitud LL.

20 15. Procedimiento o dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado por que el haz de los filamentos asume en un dispositivo de desviación (2) fuera del baño de coagulación una anchura de desviación  $L_{\text{exterior}}$ , controlada según la fórmula:

$$L_{\text{exterior}} > (2 \times LZ \times \cos(B/2) \times v^{2,5}) / (10 \times C_{\text{cel}}^{0,5} \times Q)$$

30 en la que  $L_{\text{exterior}}$  es la anchura de desviación del haz en mm, LZ el número de aberturas de extrusión, B el ángulo de desviación calculado a partir de 180° menos el ángulo de envoltura de los filamentos alrededor del dispositivo de desviación (2) en grados, v la velocidad de los filamentos en metros por segundo,  $C_{\text{cel}}$  la concentración de celulosa del fluido extrudido en % en masa y Q un número de carga adimensional, en la que Q es 300 o menor; preferiblemente al menos con una primera desviación tras la salida de los filamentos del baño de coagulación y/o al menos con una desviación en un mecanismo de extracción.

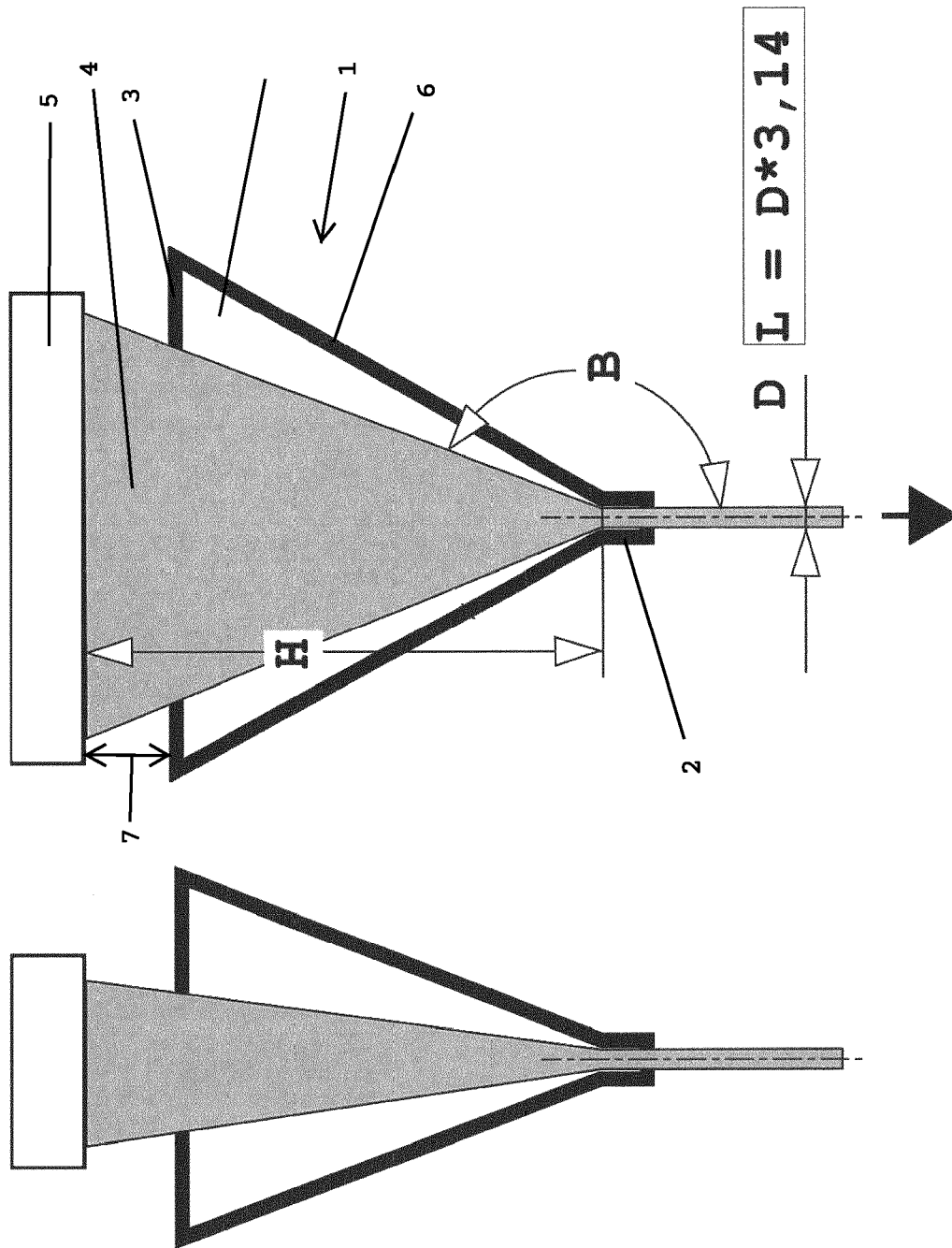


Fig. 1

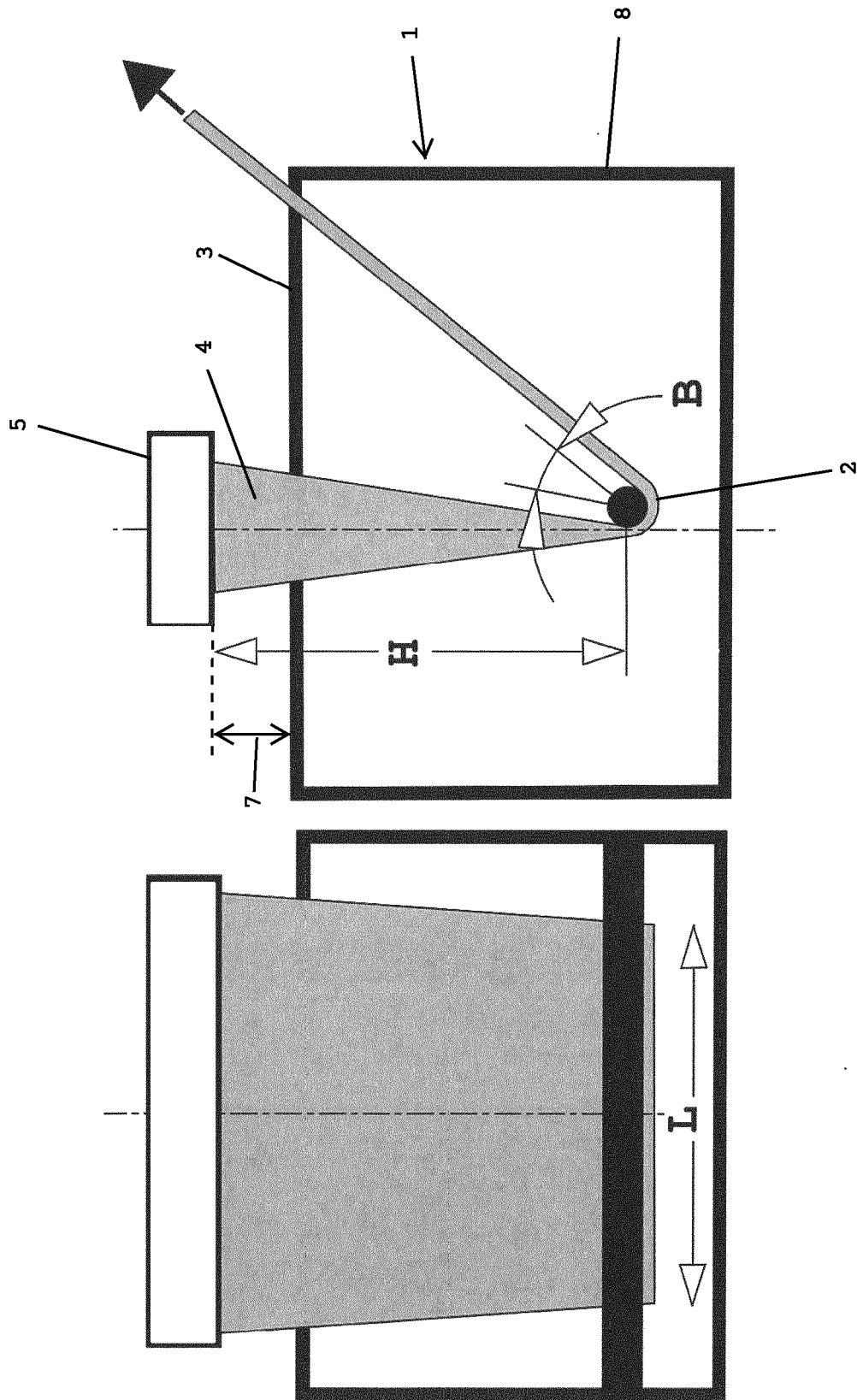


Fig. 2a

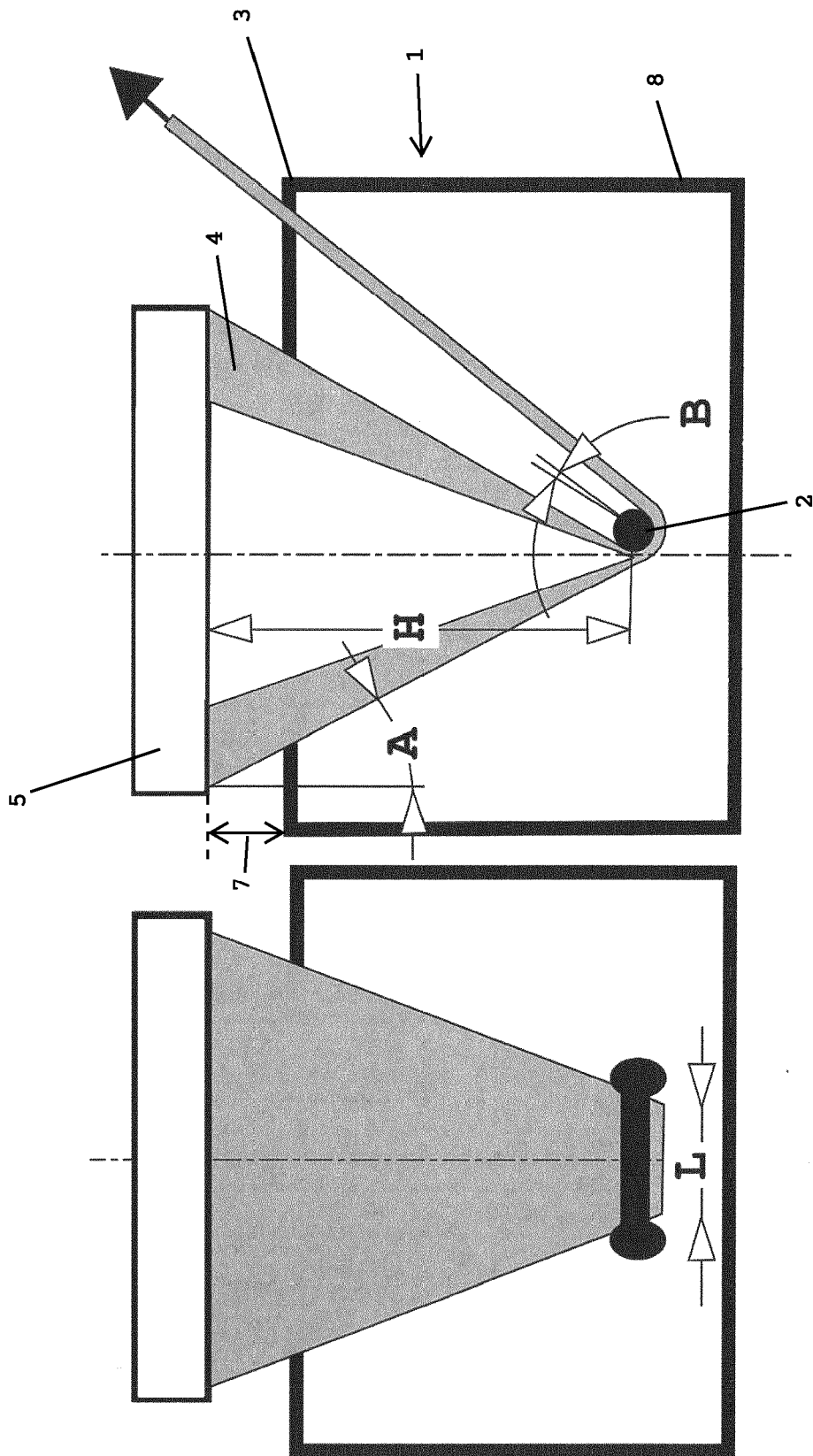


Fig. 2b

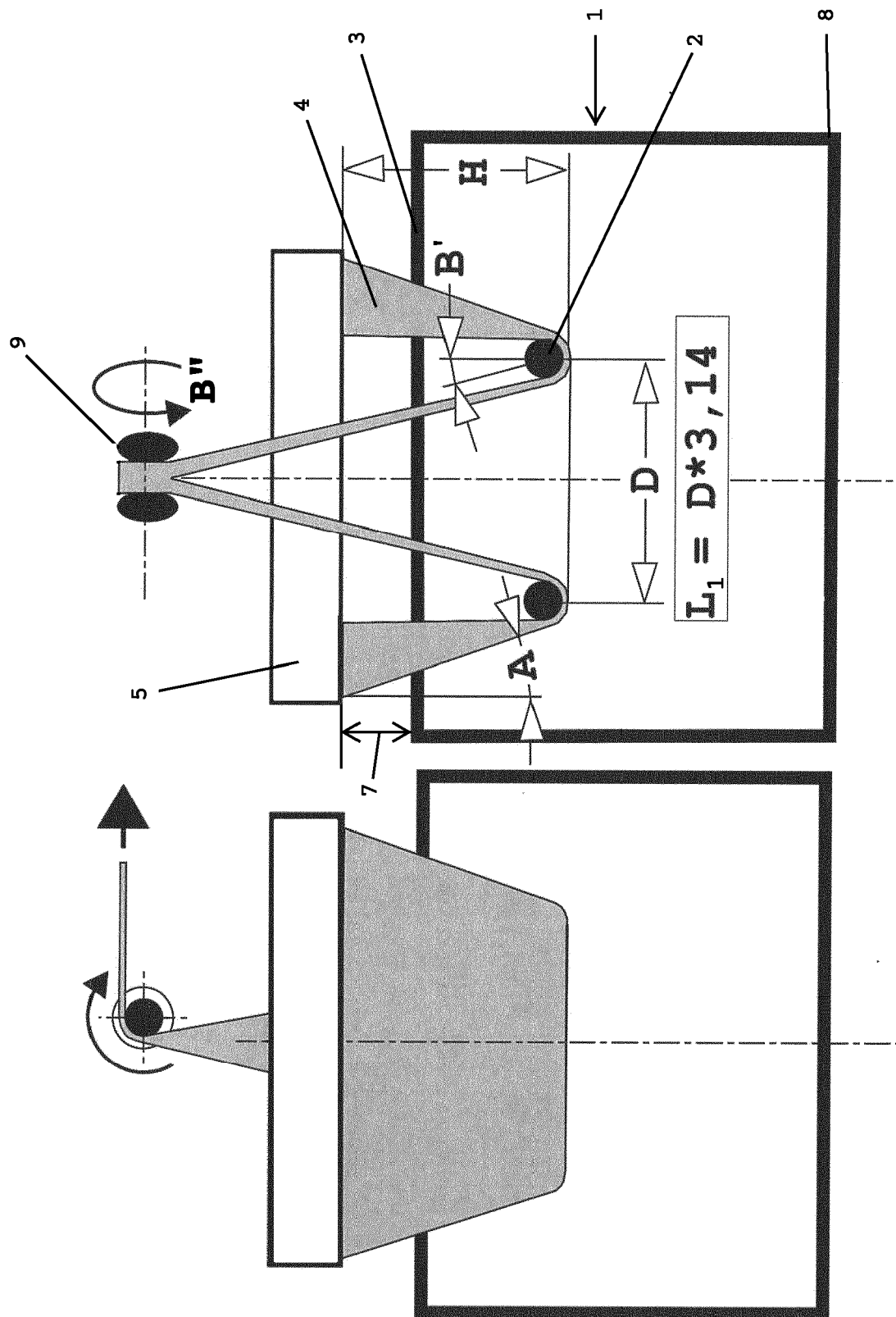


Fig. 20

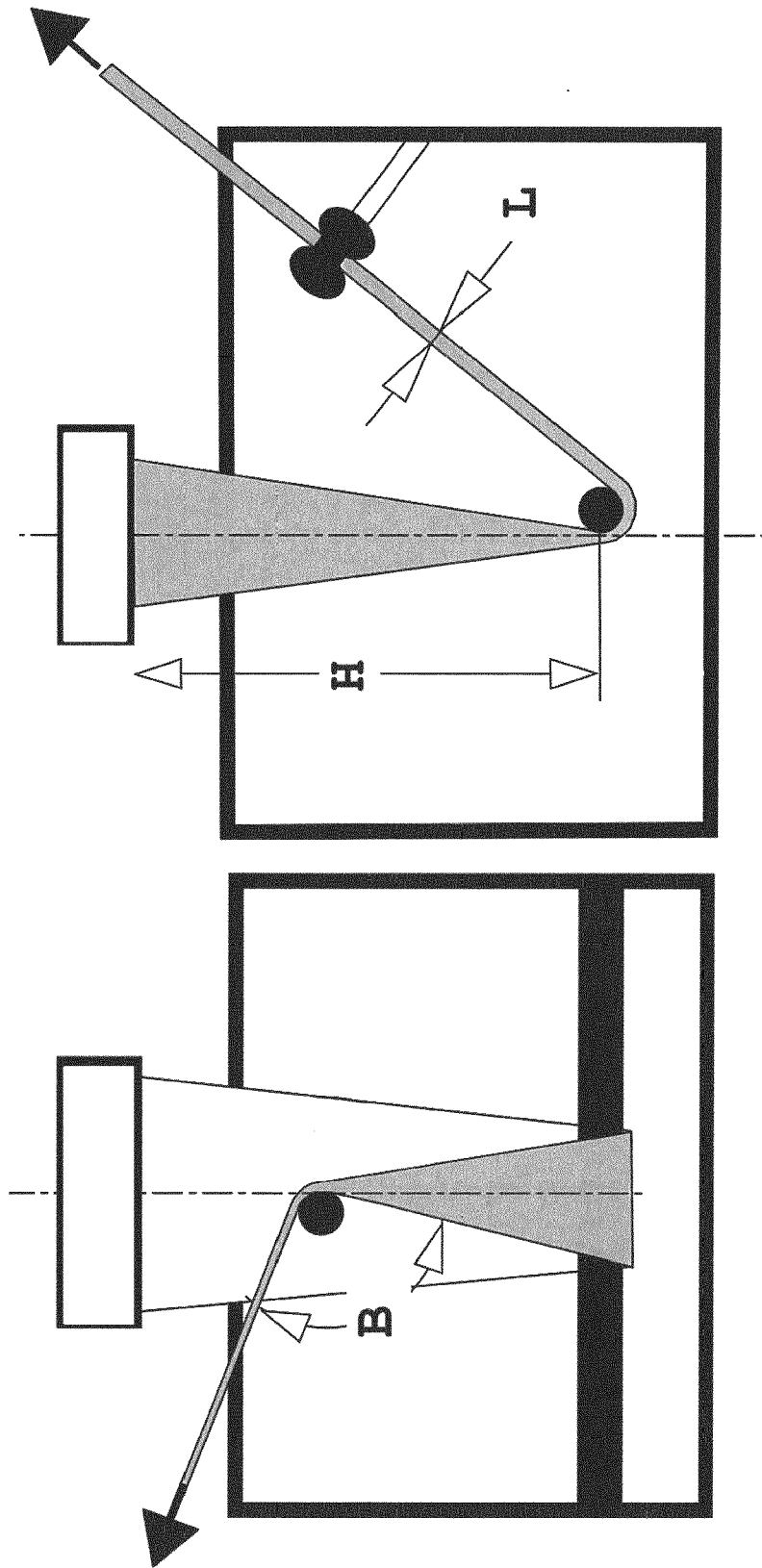


Fig. 3a

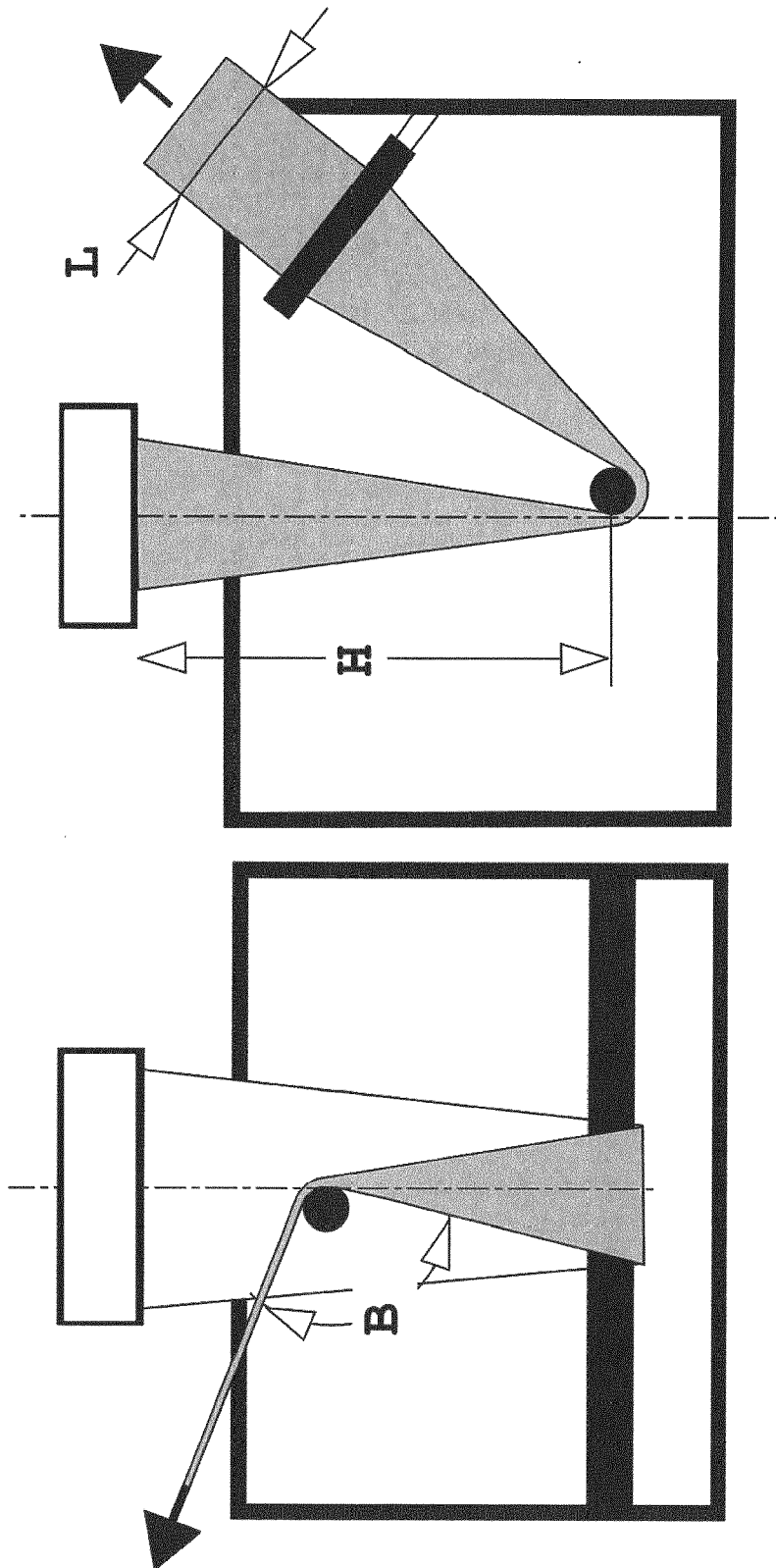
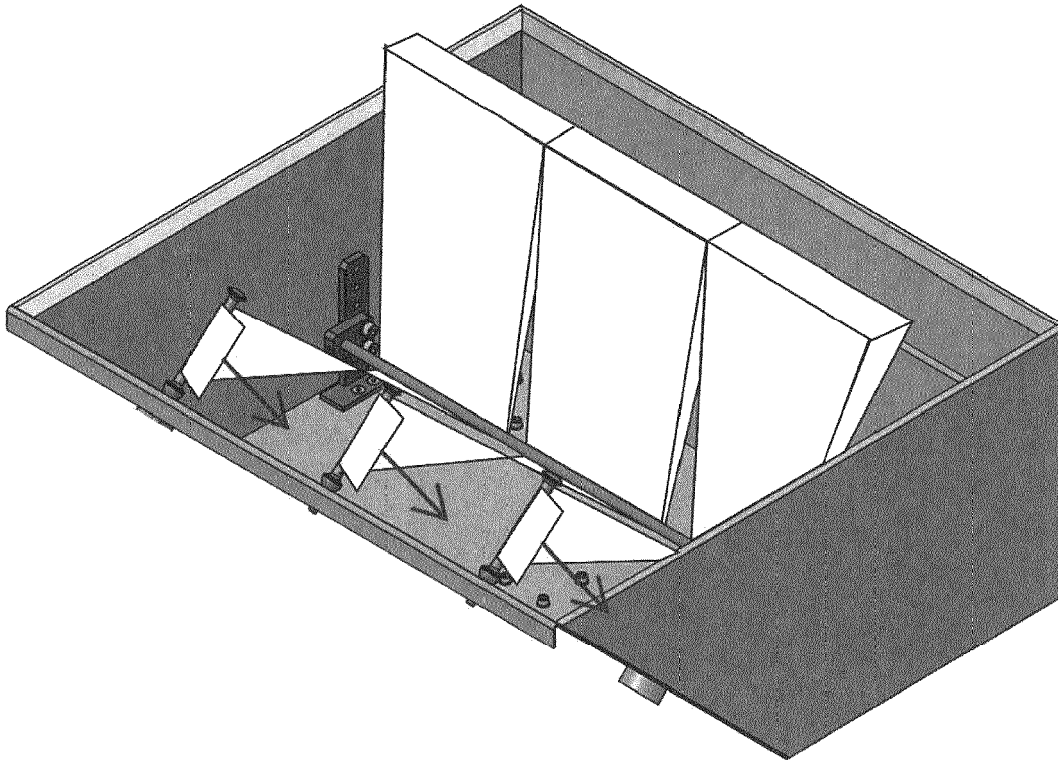
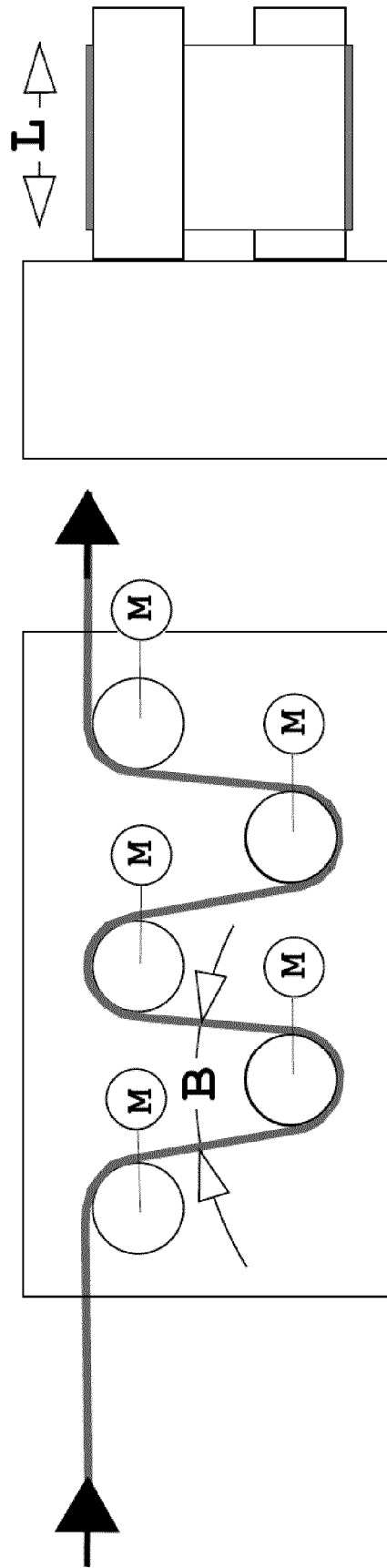


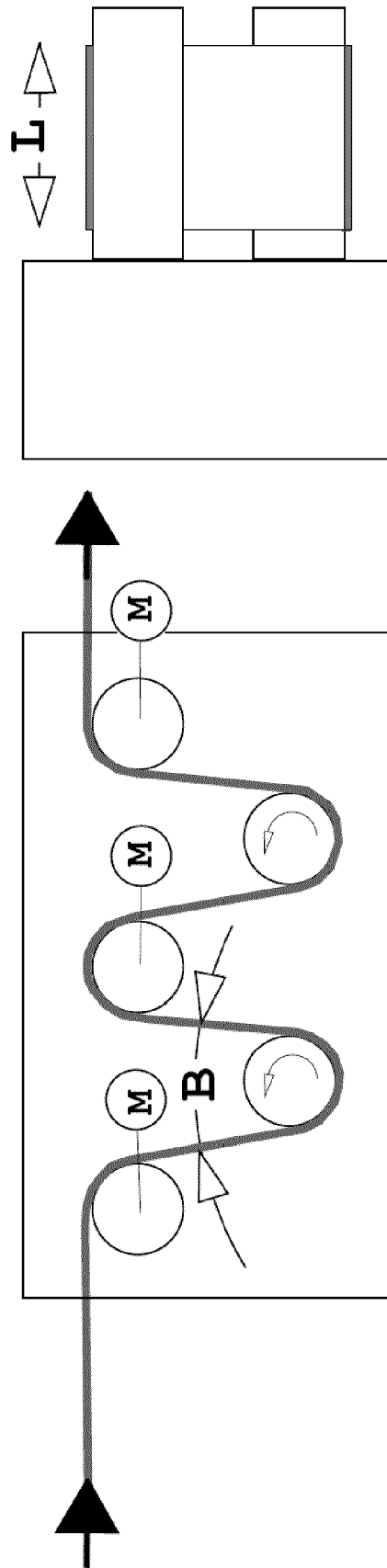
Fig. 3b



**Fig. 3c**



**Fig. 4a**



**Fig. 4b**

**REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN**

*Esta lista de referencias citadas por el solicitante es únicamente para la comodidad del lector. No forma parte del documento de la patente europea. A pesar del cuidado tenido en la recopilación de las referencias, no se pueden excluir errores u omisiones y la EPO niega toda responsabilidad en este sentido.*

**Documentos de patentes citados en la descripción**

- |                         |                           |
|-------------------------|---------------------------|
| • US 4416698 A [0003]   | • WO 0212600 A [0011]     |
| • US 4246221 A [0004]   | • WO 0212599 A [0012]     |
| • DE 2913589 [0004]     | • WO 9620300 A [0013]     |
| • WO 9428218 A1 [0005]  | • WO 2008019411 A1 [0014] |
| • CA 2057133 A1 [0006]  | • WO 2014057022 A [0015]  |
| • WO 03014432 A1 [0007] | • CN 105887226 A [0037]   |
| • EP 1900860 A [0008]   | • CN 205133803 U [0037]   |
| • WO 9733020 A1 [0009]  | • CN 205258674 U [0037]   |
| • DE 10200405 A1 [0010] | • WO 2006000197 A1 [0047] |