



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 292 808**

51 Int. Cl.:

D01F 2/00 (2006.01)

D01D 5/088 (2006.01)

D01D 5/06 (2006.01)

C08J 5/18 (2006.01)

C08L 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02767422 .5**

86 Fecha de presentación : **09.08.2002**

87 Número de publicación de la solicitud: **1415026**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **06.05.2004**

54

Título: **Procedimiento para la preparación de cuerpos conformados celulósicos.**

30

Prioridad: **11.08.2001 DE 101 39 674**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2008

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2008

73

Titular/es: **LENZING AKTIENGESELLSCHAFT**
Werkstrasse 1-3
4860 Lenzing, AT

72

Inventor/es: **Libera, Ulrich, Matthias;**
Frischmann, Günter;
Pitowski, Hans, Jurgén;
Wachsmann, Ulrich, Wigand y
Hahn, Ulrich, Günther

74

Agente: **Pablos Riba, Julio de**

ES 2 292 808 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de cuerpos conformados celulósicos.

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de cuerpos conformados celulósicos, en el que una solución de celulosa en un N-óxido de amina terciaria y, opcionalmente, de agua, se conforma en caliente, y la solución conformada pasa a través de un medio gaseoso con el propósito de enfriarla con anterioridad a ser introducida en un baño de coagulación, fluyendo el medio gaseoso a través de la solución conformada desde un lado de entrada de gas hasta un lado de salida de gas.

Estado de la técnica

Un procedimiento para el enfriamiento de cuerpos conformados celulósicos con la utilización de un medio gaseoso, se encuentra descrito en el documento WO 93/19230, por ejemplo, en cuyo procedimiento tiene lugar el enfriamiento inmediatamente después de la conformación. Este procedimiento ha sido previsto para reducir la pegajosidad (adherencia) de los cuerpos conformados recién extruidos, de modo que en la preparación de filamentos celulósicos pueda usarse una hilera con una alta densidad de orificios de hilatura. Para el enfriamiento, la solución conformada se expone con preferencia a una corriente de gas.

El enfriamiento de la solución conformada caliente tiene ya lugar cuando la solución conformada abandona el dispositivo de conformación, por ejemplo una hilera, en el que prevalecen típicamente temperaturas superiores a 70°C, y entra en lo que se conoce como intervalo de aire. El intervalo de aire es la región existente entre el dispositivo de conformación y el baño de coagulación en el que precipita la celulosa. La temperatura del intervalo de aire es más baja que la existente en la hilera pero, debido a la radiación térmica por parte de la hilera y al calentamiento del aire que resulta de la corriente en entalpía procedente de los cuerpos conformados, es significativamente más alta que la temperatura ambiente. Como resultado de la evaporación continua de agua, que normalmente se utiliza en adición al N-óxido de amina terciaria en el baño de coagulación, prevalecen las condiciones de calor y de humedad en el intervalo de aire. La medida propuesta en el documento WO 93/19230 para enfriar la solución conformada inmediatamente después de la conformación, efectúa un enfriamiento más rápido de modo que la pegajosidad de la solución conformada se reduce más rápidamente.

El documento WO 96/17118 y su equivalente estadounidense, el documento US-A-5.902.532, describe un procedimiento para la preparación de cuerpos conformados celulósicos mediante la conformación de una solución de celulosa en un N-óxido de amina terciaria y, opcionalmente, agua en estado caliente, y el enfriamiento de la solución así formada con aire antes de que sea introducida en un baño de coagulación. De acuerdo con esa descripción, se hace uso de aire acondicionado con un contenido de agua de entre 0,1 y 7 g de vapor de agua por cada kg de aire seco, y una humedad relativa de menos del 85%. Ventajosamente, el aire acondicionado es forzado a través de un paquete de fibras o filamentos recién hilados, mediante una combinación de insuflación y de extracción mediante succión. En este procedimiento, el aire fluye formando un ángulo de 0 a 120°, con preferencia

90°, con relación a la dirección de movimiento de la solución conformada, correspondiendo el ángulo de 0° a un flujo opuesto a la dirección de desplazamiento de la solución formada. El procedimiento descrito en el documento WO 96/17118 produce un enfriamiento más eficaz de los cuerpos conformados recién extruidos con menos coagulación, y los filamentos obtenidos tienen áreas en sección transversal con un bajo coeficiente de variación.

Aunque el proceso de enfriamiento descrito en el documento WO 96/17118 es un buen proceso como tal, existe todavía espacio para mejoras. Así, con un flujo incidente de aire acondicionado perpendicular (transversal) a la dirección de movimiento de la solución conformada, el lado de la solución conformada opuesto al lado del flujo de aire incidente no es alcanzado, con frecuencia, de forma adecuada, o no es alcanzado de forma suficientemente rápida, por el aire acondicionado. Éste es especialmente el caso cuando el proceso se lleva a cabo con una velocidad de flujo comparativamente baja del aire acondicionado y/o cuando, por ejemplo, se extrude un gran número de filamentos. Cuando se extruden multifilamentos celulósicos, por ejemplo, a pesar de un flujo (insuflación) incidente intenso del aire acondicionado, puede ocurrir una conglutinación más o menos extensiva en el caso de los filamentos por el lado opuesto al lado del flujo de aire incidente, lo que conduce a un desequilibrio de la estabilidad del proceso, debido a que no está garantizada la infiltración del aire a través de la solución. En principio, la intensidad del enfriamiento podría, por supuesto, ser incrementada mediante el incremento del volumen de flujo incidente del aire acondicionado y/o con el incremento de la longitud del intervalo de aire. Tales medidas, sin embargo, al mismo tiempo, entrañan un riesgo de un mayor entretijado de la solución conformada, y por tanto de los filamentos por ejemplo, y por esa razón resultan con frecuencia indeseadas.

Descripción de la invención

La presente invención pretende, por lo tanto, reducir los inconvenientes de los procesos de la técnica anterior.

De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento para la preparación de cuerpos conformados celulósicos según se ha descrito en el párrafo de introducción, que se caracteriza porque el medio gaseoso presente en el lado de salida de gas se extrae mediante succión por el lado de salida de gas en una dirección sustancialmente paralela a la dirección de movimiento de la solución conformada. La dirección puede ser de 0° con relación a la dirección de movimiento de la solución conformada, es decir, respecto a cualquier dirección paralela a, y en la misma dirección que, el movimiento de la solución conformada, o puede diferir de 0° mediante un ángulo pequeño, por ejemplo de hasta 5° o 10° o más, pero menos de 45°.

En el procedimiento conforme a la invención, se prefiere mejor que el ángulo de flujo del medio gaseoso (de enfriamiento) que circula hacia fuera de la solución conformada (lado de succión), cambie con relación al ángulo del aire que fluye hacia la solución conformada debido a la extracción por succión. Este cambio de dirección da como resultado un mejor flujo del medio gaseoso por el lado de la solución conformada opuesto al lado de entrada de flujo (insuflación) del medio gaseoso.

Según se va a explicar con mayor detalle en lo que

sigue, en un proceso de ese tipo, se prefiere que la extracción sea mediante succión, por ejemplo a través de una placa perforada dispuesta inmediatamente a continuación de la hilera.

Dentro del marco de la presente invención, se prefiere especialmente que el medio gaseoso por el lado de entrada (insuflación) de gas se encuentre con la solución conformada con un ángulo comprendido entre alrededor de 45° y alrededor de 135°, más preferiblemente de alrededor de 90°, con relación a la dirección de movimiento de la solución conformada. A un ángulo de flujo incidente del medio gaseoso de alrededor de 90° y con una extracción por succión del medio gaseoso por el lado de salida de gas de 0° con relación a la dirección de desplazamiento de la solución conformada, la extracción por succión tiene lugar por tanto girada alrededor de 90° con relación a la insuflación, lo que conduce a un excelente flujo del medio gaseoso a través de todas las regiones de la solución conformada.

En principio, por supuesto, el flujo de un medio gaseoso a través de la solución conformada puede ser disparado por convección, por ejemplo mediante movimiento de aire, o bien por succión de la solución conformada (denominada "auto-succión") sobre el medio gaseoso. Mediante auto-succión, la solución conformada, por ejemplo, es infiltrada en primer lugar con un ángulo de 0°, es decir, en su dirección de movimiento. Sin embargo, se prefiere que el flujo del medio gaseoso a través de la solución conformada se consiga insuflando hacia adentro el medio gaseoso por el lado de entrada de gas. Esto hace que sea posible ajustar los diversos parámetros del medio gaseoso, por ejemplo el ángulo de insuflación, la velocidad, la temperatura, y opcionalmente, también el contenido de agua, acondicionando el medio gaseoso insuflado.

En general, la insuflación tiene lugar a lo largo de la longitud completa del intervalo de aire, es decir, entre el dispositivo de conformación, por ejemplo la hilera, y el baño de coagulación. Por supuesto, también es posible exponer a la insuflación la solución conformada solamente en una parte de su longitud. De ese modo, por ejemplo, el medio gaseoso puede ser insuflado solamente en la primera sección del intervalo de aire, es decir, la sección que es inmediatamente contigua al dispositivo de conformación.

Con el fin de poder llevar a cabo el proceso conforme a la invención de una manera tan eficiente como sea posible, resulta deseable tener un volumen mayor de medio gaseoso extraído por succión por el lado de salida de gas, que el insuflado. Esto garantiza un flujo cuantitativo del medio gaseoso en la dirección de extracción por succión, puesto que se extrae un flujo de mayor volumen mediante succión que el insuflado.

Se ha demostrado especialmente ventajoso en el proceso que el volumen de medio gaseoso extraído por succión por el lado de salida de gas sea de al menos dos veces, con preferencia tres veces, mayor que el insuflado.

Según se ha mencionado en lo que antecede, la presente invención ha resultado ser muy adecuada para aquellos procesos que tienen velocidades comparativamente bajas del medio gaseoso. Por esa razón, se prefiere que la infiltración de la solución conformada tenga lugar a una velocidad del medio gaseoso comprendida entre 0,5 y 2 m/s. Esto tiene la ventaja de que se evita en gran medida el entretrejo indeseado de la solución conformada.

Según se ha explicado en lo que antecede, los cuerpos conformados recién extruidos se enfrían en el intervalo de aire con el fin de reducir la pegajosidad (adherencia) rápidamente de esa manera. Para estar completamente en condiciones de enfriar la solución conformada, la corriente de medio gaseoso tiene que tener, naturalmente, una temperatura que esté por debajo de la temperatura de la solución conformada. En este proceso de acuerdo con la invención, ha resultado ser deseable que la infiltración tenga lugar a una temperatura del medio gaseoso de entre 0 y 40°C, con preferencia entre 20 y 30°C.

En principio, cualquier medio gaseoso conocido o convencional puede ser utilizado para enfriar, por ejemplo, gases inertes tales como nitrógeno, dióxido de carbono o argón; sin embargo, se prefiere generalmente que el medio gaseoso sea aire.

Puesto que, según se sabe, no es solamente la temperatura sino también el contenido de agua del medio gaseoso y su humedad relativa lo que tiene un efecto significativo sobre las propiedades de los cuerpos conformados celulósicos, el medio gaseoso es acondicionado con preferencia, es decir ajustado, a un contenido de humedad particular, con anterioridad a su uso.

Cuando el medio gaseoso es aire, se prefiere que el aire sea ajustado a una humedad relativa de entre el 5 y el 30%. El acondicionamiento del aire, es decir, el ajuste del contenido de agua y de la humedad relativa a una temperatura específica, es conocido por los expertos en la materia y puede ser extraído, por ejemplo, del documento WO 96/17118, poniendo cuidado en que este acondicionamiento tenga lugar tan uniformemente como sea posible.

El procedimiento conforme a la invención permite que la preparación de las fibras se realice de manera ventajosa, especialmente los filamentos conocidos como fibras sin fin, las fibras en bruto, las películas, las fibras huecas, y las membranas, por ejemplo, para su uso en diálisis, oxigenación o procesos de filtrado. La conformación de una solución a modo de cuerpo conformado celulósico deseado, puede realizarse con hileras para la preparación de fibras conocidas, moldes de hendidura, o hileras de fibras huecas. A continuación de la conformación, es decir, con anterioridad a la introducción en el baño de coagulación, la solución conformada puede ser arrastrada.

Descripción del dibujo

La invención va a ser explicada con mayor detalle mediante referencia al dibujo que se acompaña, el cual muestra esquemáticamente la construcción de un aparato para llevar a cabo un proceso en éste, conforme a la invención.

En el dibujo, se ha construido una hilera 1 con varias posiciones de hilado, desde cada una de las cuales se hace girar una solución 2 conformada por un gas, por ejemplo el aire del ambiente. La solución conformada se sumerge a continuación en un líquido de coagulación, presente en el baño 3 de coagulación. La insuflación del medio gaseoso en la solución 2 conformada tiene lugar por medio de un conducto 4 aislado por el lado de entrada de gas, el cual se dirige hacia arriba desde una planta de acondicionamiento de aire. Las flechas dibujadas en la Figura indican esquemáticamente la dirección de la insuflación. La insuflación tiene lugar de forma aproximadamente perpendicular a la dirección de movimiento de la solución 2 conformada, y sobre la longitud completa de la hilera 1. La

extracción por succión del medio gaseoso insuflado tiene lugar por el lado de salida de gas girado en alrededor de 90° respecto a la dirección de insuflación (verticalmente hacia arriba por el borde de la hilera 1, y por lo tanto, la dirección opuesta a la dirección de movimiento de la solución conformada según se ha mostrado en el dibujo). En este proceso, el medio gaseoso se extrae por succión a través de una lámina 5 perforada, la cual se ha montado inmediatamente a continuación de la hilera 1. La extracción por succión tiene lugar asimismo sobre la longitud completa de la hilera. La lámina 5 perforada utilizada para la extrac-

ción por succión, se une a ras con la hilera 1, es decir, forma un plano con la misma. Mediante la extracción por succión y la disposición enrasada de la extracción y de la hilera 1, se proporciona una buena accesibilidad a la hilera 1 y a las posiciones de hilatura desde cada lado, pero especialmente desde el lado longitudinal de la hilera 1. Como resultado, la manipulación del equipo, por ejemplo cuando se tensa, cuando se separan los filamentos y cuando se proporciona servicio de mantenimiento a la hilera 1, resulta mucho más fácil.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de cuerpos conformados celulósicos, en el que una solución de celulosa en un N-óxido de amina terciaria y, opcionalmente, de agua, se conforma en estado caliente, y la solución conformada se enfría con un medio gaseoso con anterioridad a ser introducida en un baño de coagulación, fluyendo el medio gaseoso a través de la solución conformada desde un lado de entrada de gas hasta un lado de salida de gas, que se **caracteriza** porque el medio gaseoso se extrae por succión por el lado de salida de gas en una dirección paralela a, o formando un ángulo de menos de 45° respecto a, la dirección de movimiento de la solución conformada.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se **caracteriza** porque el medio gaseoso fluye por la solución conformada formando un ángulo de entre alrededor de 45° y alrededor de 135°, con preferencia alrededor de 90°, con relación a la dirección de movimiento de la solución conformada.

3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, que se **caracteriza** porque el flujo del medio gaseoso por la solución conformada se consigue por insuflación.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, que se **caracteriza** porque se extrae un volu-

men de medio gaseoso por succión que es mayor que el insuflado.

5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, que se **caracteriza** porque el volumen de medio gaseoso extraído por succión es al menos el doble, con preferencia tres veces, más grande que el volumen de insuflación.

6. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, que se **caracteriza** porque el medio gaseoso incidente tiene una velocidad comprendida en la gama de 0,5 a 2 m/s.

7. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que se **caracteriza** porque la temperatura del medio gaseoso incidente está comprendida entre 0 y 40°C, con preferencia entre 20 y 30°C.

8. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que se **caracteriza** porque el medio gaseoso es aire.

9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, que se **caracteriza** porque el aire tiene una humedad relativa del 5 al 30%.

10. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que se **caracteriza** porque los cuerpos conformados producidos son fibras, más en particular filamentos, películas, fibras huecas o membranas.

