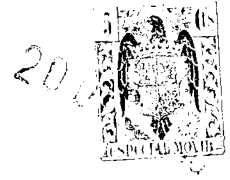


144967

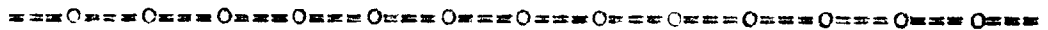
144967



MEMORIA DESCRIPTIVA  
que se presenta para unir a la solicitud  
de  
P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N  
formulada el 4 de Abril de 1938  
en  
E S P A Ñ A  
por VEINTE años

a nombre del Prof. Dr. LEO UBBELOHDE, de nacionalidad alemana, residente en Bismarkstrasse 111, Berlín-Charlottenburg, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA CRESPAR FIBRAS DE HILAR ARTIFICIALES".



El presente invento se refiere a un procedimiento para comunicar a las fibras de hilatura artificiales un rizado en cierto modo natural, como el peculiar



144967

5 de la lana, y que resiste todos los esfuerzos, incluso  
especialmente con humedad. El invento se explicará con  
el ejemplo de la viscosa:

Sabido es que en el procedimiento ordinario  
de hilatura de viscosa, la solución de hilatura se hace  
pasar a presión por los finos orificios de una tobera  
10 (punto de hilatura) a un líquido de precipitación, con  
lo cual se produce un haz de hilos sueltos sin fin. Así  
el haz de hilos admite tanto líquido como el que nece-  
sita para su consolidación completa. Un estiramiento  
que aparece en el proceso ordinario de hilatura, se ma-  
nifiesta en que las macromoléculas en forma de varillas  
15 (los llamados micelios) de la celulosa se colocan en un  
orden correspondiente a un hilo de dirección recta.

Para rizar estos hilos, no basta doblarlos  
sencillamente en forma ondulada, sin más medidas, como  
20 lo hacen notoriamente los procedimientos y aparatos pro-  
puestos hasta ahora al efecto; porque, como hemos com-  
probado, con ello no se produce una nueva ordenación  
suficiente y permanente de los micelios. Estos hilos  
no pueden conservar el rizado que se les comunica bajo  
25 un fuerte efecto de tracción y especialmente con hume-  
dad.

Ahora bien: hemos descubierto que se obtiene  
un rizado fuerte y permanente si con las medidas espe-  
ciales que después se describen se da a los micelios una  
30 nueva ordenación correspondiente a la forma, no de hilo  
recto, sino rizado. A este objeto es preciso estirar y  
tender el haz de hilos aún con precipitante, en la for-

2001



144967

35 ma rizada, o sea, que durante la formación se han de so-  
meter a esfuerzos superiores a su límite de elasticidad,  
y esto con preferencia en un momento en el cual el hi-  
lo sólo esté consolidado en medida tal que los micelios  
puedan ordenarse nuevamente correspondiendo a la forma  
rizada del hilo, o sea, durante la precipitación de los  
hilos formados o poco después de ella. De este modo  
40 la forma rizada del hilo se convierte en la natural del  
mismo, y se hace especialmente resistente a la tracción  
y a la humedad si se deja que los micelios se suelden  
entre sí en reposo y definitivamente en su nueva posi-  
ción, para lo cual es adecuado dejar expuestos los hi-  
45 los rizados sin tracción durante cierto tiempo a la ac-  
ción de precipitantes. Por consiguiente, no se deben  
lavar ni someter a otro tratamiento inmediatamente des-  
pués del rizado.

50 Para la realización del procedimiento, han  
dado buenos resultados rodillos dentados de clase no pro-  
puesta hasta ahora, contruídos, por ejemplo, de manera  
que sujeten el haz de hilos, antes de llegar al punto  
de mayor profundidad de engranaje, en su posición ondu-  
lada entre los dientes de engranaje menos profundo, de  
55 tal manera que los hilos sólo por estiramiento y tendién-  
dolos más allá del límite de la elasticidad, o sea con  
prolongación (estiramiento) notable y subsistente, pue-  
dan llevarse a la forma ondulada definitiva. De este mo-  
do, los micelios durante el proceso tienen que resbalar  
60 por los rodillos, desplazarse de su posición y ordenar-  
se de nuevo correspondiendo a la posición rizada.



144967

El éxito del procedimiento descrito es independiente de la clase de solución de hilatura empleada, y sólo es necesario que el tratamiento de rizado se inicie en el momento en que el hilo recién formado sólo se ha consolidado en tal medida que los micelios puedan ordenarse de nuevo correspondiendo a la forma rizada del hilo. El momento adecuado al efecto puede estar, para las distintas soluciones de hilatura, en puntos algo distintos del curso del hilo, pero se puede averiguar debidamente por sencillos ensayos y sin más requisitos siguiendo las indicaciones anteriores. Por ejemplo, en la realización del procedimiento cuando se emplea la viscosa más corriente como solución de hilatura, el rizado se puede hacer en el mismo baño precipitante o inmediatamente después de la salida de los hilos de dicho baño, para dejar luego en reposo durante cierto tiempo, los hilos rizados y humedecidos con el baño de manera que un estirado o similares no pueda destruir la forma rizada antes que haya tenido lugar una consolidación completa del hilo en la forma rizada que se le acaba de comunicar.

Puede emplearse también el procedimiento llamado de dos baños; por ejemplo, si se usa viscosa, moldeando primero únicamente el hilo como xantogenato y coagulándolo, por ejemplo con un baño de sulfato amónico; y sólo más tarde, poco antes del laminado rizador, durante el mismo o después de él, se emplea un baño regenerador, por ejemplo, un baño ácido, con lo cual la viscosa se regenera en celulosa. Pero lo que mejor resultado ha dado



144967

es el rizado de los hilos inmediatamente o poco después de la salida del baño de descomposición. También, para evitar el estirado durante la consolidación, los hilos rizados pueden cortarse en fibras cortas inmediatamente después del rizado, evitando tracciones, con lo cual se impide que el rizado se destruya por estiramiento. Si por ejemplo los hilos así cortados y humedecidos con baño precipitante caen de la máquina cortadora sobre una cinta de transmisión, es posible tratarlos luego, tras un contacto suficientemente largo con el baño de precipitación, en un transportador de "paso de peregrino" o dispositivos semejantes, siendo conveniente entonces una permanencia más larga en el baño ácido.

El procedimiento es realizable ventajosamente empleando soluciones de hilatura a las que se añaden masas formadoras de resina artificial, que pueden estar previamente condensadas o polimerizadas y que durante el rizado o después del mismo se condensan o polimerizan bien por la acción del baño de precipitación, bien por un tratamiento posterior o simultáneo, lo cual se puede iniciar ya poco antes del rizado. Son adecuados para ello condensados y polimerizados previos de formaldehído y urea o sus homólogos y mejor condensados o polimerizados previos de formaldehído y fenol o sus homólogos, o condensados mixtos de las sustancias mencionadas, y además derivados del vinilo y del estírol, etc. Es especialmente adecuado el empleo de mezclas de masas de resina artificial condensadas o polimerizadas previamente y aún solubles en la solución de hilaturas, y que se



144967

120 pueden condensar o polimerizar de antemano tanto alcalina, como ácida o neutramente y luego pueden mezclarse entre sí o con otras sustancias durante la condensación o en la solución de hilatura.

125 Con buen resultado se han empleado también resinas dobles que se obtienen añadiendo aún aldehídos y ureas a los condensados de formaldehído y fenol líquidos o disueltos y que se encuentran en el estado A, en su caso con adición ulterior de disolventes, y sometiénolos a unacondensación ulterior. Los condensados de  
130 fenol y formaldehído pueden condensarse previamente tanto con amoniaco, o sea alcalinamente, como con ácido. En lugar del formaldehído, puede emplearse también paraformaldehído, y además la segunda condensación se puede hacer en un disolvente de punto de ebullición alto, en  
135 el cual sea soluble tanto el condensado de fenol y formaldehído que se encuentra en estado A como el producto que se forma con el segundo aldehído y la urea.

A continuación damos un exposición por vía de ejemplo de resinas artificiales que pueden emplearse  
140 para la realización del procedimiento:

a) 150 partes de fenol se condensan con 115 partes de paraformaldehído y con adición de amoniaco a unos 50° C durante 1-2 horas en el vacío en el refrigerador de reflujo.

145 A este condensado previo, se añaden en porciones 240 partes de paraformaldehído, 20 de ácido acético y 175 de urea. Se vuelve a trabajar en el vacío en el refrigerador de reflujo, y el producto de conden-



144967

sación se condensa a 60° C durante 1-2 horas en el vacío.

150

b) Como se indica en a), se condensan en el vacío, en el refrigerador de reflujo 150 partes de fenol y 115 de paraformaldehído, añadiendo amoniaco. Después de la condensación previa se agitan 200 partes de paraformaldehído, 20 de amoniaco y 275 de úrea. La condensación se hace en el vacío, en el refrigerador de reflujo, a unos 60° C.

155

c) 15 gramos de fenol, 25 gramos de agua, 40 g. de paraformaldehído y 10 g. de amoniaco, se condensan al grado A a 90° C. Duración : media hora. La bakelita A así obtenida se disuelve en 75 g. de alcohol y 50 g. de glicerina, se le añaden 90 g. de ácido ftálico y se calienta sin dejar de agitar hasta que casi todo el alcohol se ha evaporado, con lo cual el ácido ftálico reacciona con la glicerina.

160

165

La condensación inicial tiene lugar agitando en la masa enfriada 75 g. de paraformaldehído, calentando a unos 60° C y añadiendo luego en pequeñas partes una solución de 40 g. de urea, 5 g. de cloruro amónico y 75 g. de agua. Agitando constantemente hay que calentar aún 20 minutos más, después de lo cual, por adición de alcohol, se puede diluir a la medida deseada.

170

175

Estos condensados se añaden a la solución de hilatura. Al hilar, se endurecen bajo la influencia del líquido de precipitación y de la elevada temperatura aplicada más tarde, por ejemplo, al secar. Los vellones de fibras con producto de condensación ácido (4 %) dieron una resistencia de 21,4 g. por 1 g. de vellón, y los



vellones con producto de condensación básico (4 %) una resistencia de 16,2 g. por un gramo de vellón.

180

d) Las fibras ya rizadas se introducen en una solución de 18 partes de urea, 21 de paraformaldehído, 2 de ácido acético cristalizabile y 800 de agua. Se condensa en el vacío a 25° C durante 2-3 horas. Después de la condensación se centrifuga y las fibras se secan a 90-100° C, o se tratan con ácido sulfúrico al 3 % y se lavan, con lo cual sobreviene el endurecimiento posterior.

185

190

Lo expuesto es aplicable también análogamente a otros cambios de forma que van unidos a un fuerte desplazamiento de los micelios, y a una modificación real y permanente de la estructura fina. Lo mismo se puede aplicar a otros procedimientos de hilatura en húmedo y en seco y a otras estructuras, como películas, cintas, pelos y similares.

195

=====

===== N O T A =====

=====

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

200

1º. Un procedimiento de preparar hilos o fibras artificiales, películas, cintas, crines, etc. rizados, caracterizado por que a las estructuras aún no terminadas de preparar se les obliga a tomar un rizado o deformación con una nueva ordenación amplia y permanente



205 de los micelios y con notable alargamiento permanente  
sometiéndolos a esfuerzos sobre el límite de elasticidad y estirando la estructura obtenida en la nueva forma (forma rizada).

210 2º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º., caracterizado por que las estructuras, después de obligadas a tomar la nueva forma, se dejan en contacto con el baño de precipitación, sin ulteriores esfuerzos mecánicos, hasta una consolidación suficiente, y luego en su caso se someten a tratamiento posterior.

215 3º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 2º., caracterizado por que las estructuras se cortan en pedazos sueltos, inmediatamente después de darles formas, evitando el estirado mecánico.

220 4º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º. a 3º., caracterizado por que a las soluciones de hilatura empleadas se añaden sustancias endurecibles, por ejemplo, formadoras de resina, en su caso en estado ya condensado o polimerizado previamente, pero aún soluble en la solución de hilatura, y el endurecimiento definitivo de estas sustancias se inicia o realiza simultáneamente con la precipitación y cambio de forma de la estructura o inmediatamente después.

230 5º. Un procedimiento para crear fibras de hilar artificiales.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

=====

Esta Memoria



144967

235

consta de nueve hojas y la presente escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a

P. A.



EXPEDIENTE Nº. 144.967.

PATENTES:- SS- 235.

Contestación al suspenso.

ILMO.SR. JEFE DEL REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL.

DON ALBERTO DE ELZABURU, Profesor Mercantil, Agente de la Propiedad Industrial, con domicilio profesional en Madrid, calle del Barquillo, nº. 26, en nombre y representación del Prof. Dr. Leo Ubbelohde, residente en Berlin-Charlottenburg, Alemania, a V.I. respetuosamente digo:

Que con fecha 4 de Abril de 1938, y por conducto de la Delegación de Industria de Guipúzcoa, solicité a favor de mi mandante una Patente de Invención, por VEINTE años, por: "UN PROCEDIMIENTO CON SU CORRESPONDIENTE DISPOSITIVO PARA CRESPAR FIBRAS DE HILAR ARTIFICIALES" a cuyo expediente correspondió el nº. 144.967 y el cual ha quedado en suspenso por doble objeto según publicación efectuada en el Boletín Oficial correspondiente al mes de Noviembre de 1939 (aparecido con retraso).

Con el fin de poner el expediente que nos ocupa en condiciones de concesión tengo el honor de acompañar nuevos ejemplares de la memoria descriptiva por triplicado a virtud de los cuales ha sido limitado el objeto de la Patente al procedimiento, y eliminada la parte correspondiente al dispositivo, por la cual se solicita con esta misma fecha una Patente divisional, procediendo incorporar a ésta última los dibujos que figuran en las memorias que quedan anuladas, por cuanto que el procedimiento al cual ha sido limitada la Patente que nos ocupa, no requiere ninguna ilustración. De dichos dibujos procede asimismo eliminar la figura 4, por haber sido suprimida su descripción en la memoria correspondiente al dispositivo.

Por todo lo expuesto procede pase a figurar como enunciado del invento "UN PROCEDIMIENTO PARA CRESPAR FIBRAS DE HILAR ARTIFICIALES".

En su virtud, a V.I.

SUPLIICO se sirva disponer la incorporación del presente escrito y de las memorias adjuntas al expediente de Patente de Invención nº. 144.967 y acceder en su día a la concesión de la misma a favor de mi representado, previa la sustitución de las nuevas memorias que se acompañan, anulando las que

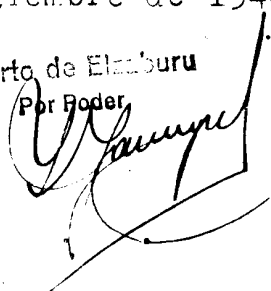
...../...

figuran en el expediente, a cuyo fin tengo el honor de acompañar Pesetas doce en papel de pagos al Estado importe de los derechos correspondientes.

Dios guarde a V.I. muchos años.

Madrid, 20 de Diciembre de 1940.

Alberto de Elizburu  
Por Poder.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Alto de Elizburu', written over a rectangular stamp area.

IZ/cg.