

1179289

P - 6.003

File 082-Cresswell Case



179289

9 AGO. 1947

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de NORTH AMERICAN RAYON CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 261 Fifth Avenue, Nueva York, N.Y., E. U. A., por:

" UN PROCEDIMIENTO DE PRODUCIR RAYON "

El presente invento se refiere a un procedimiento nuevo para mantener condiciones de hilatura ideales en la fabricación de rayón, y se refiere especialmente a impedir incrustaciones de las toberas cuando se expulsa por ellas una solución de Viscosa a un baño de hilatura ácido para formar filamentos, hebras, hilos, cintas y similares.

En la producción comercial de rayón de Viscosa es necesario, por razones de economía practicar la hilatura ininterrumpida de filamentos de dernier iguales. La interrupción de la hilatura es en general causada por la contaminación de



79239

947

las mismas toberas debidas a las diversas impurezas de la so-
lución de viscosa, del baño de hilaturas o de ambos. Estas -
impurezas tienen tendencia a aglomerarse o depositarse en la
tobera y así obstruir gradualmente sus finos orificios. Ani-
llos de cinc, anillos de calcio, cráteres de azufre, celulosa
precipitada, particulas de resina, productos de reacción se--
cundarios etc, son impurezas que causan incrustaciones de --
las toberas. Estas son especialmente susceptibles a las in--
crustaciones cuando se usan baños de hilatura ácidos que con-
tienen sales de cinc disueltas, tales como, por ejemplo, sul-
fato de cinc. El ácido sulfúrico se usa comunmente en los ba-
ños de hilatura de viscosa. Aunque los depósitos de impure--
zas sean insuficientes para obstruir totalmente los orifici-
os de tobera, determinan variaciones en secciones de dernier
y transversales de los filamentos que a su vez comunican in-
deseables propiedades a los productos de viscosa terminados.
Así tienden a formarse en las obstrucciones en los orificios
de las toberas o alrededor de ellos, los que se llaman ganchos
de hilatura, y dichos ganchos, cuando se espulsan filamentos
al través de los orificios tienden a causar una interrupción
temporal de la hilatura de un filamento en el orificio afec-
tado, ocasionando así la rotura del filamento. Estas defici-
encias necesitan frecuentes y costosos cambios de toberas y
determinan aumento de hilos de baja calidad.

Aunque la incrustación de las toberas es especialmente
perceptible cuando se usan toberas de metal, hechas de oro, oro
y platino, oro y paladio, platino y rodio, tantalio u otro



metal resistente a la corrosión, ésta deficiencia se observa también en la toberas fabricadas de rubí artificial y otras piedras semi preciosas. La prevención de la incrustación resulta mas y mas importante con la mayor tendencia
5 de la industria a hilar filamentos de dernier mas finos que necesitan el uso de menores orificios.

Se muy bién que hasta ahora se ha propuesto impedir la obstrucción de los orificios de la tobera, añadiendo comunicaciones cation-activas al baño de hilatura o solución de Viscosa, o revistiendolas de materiales a modo de
10 cera. En extensos experimentos he descubierto inesperadamente que la incrustación de los orificios de tobera se impide virtualmente no solo por las combinaciones cation-activas sino también por combinaciones que no son ni catión-activas ni anio-activas esto es, ion-inactivas. Estas combinaciones son productos de polimerización, solubles en
15 agua, de óxidos alkilénicos o productos de sustitución de los mismos, para funcionar deben tener por lo menos una solubilidad y estabilidad limitada con baños de hilatura ácidos, en soluciones de Viscosa en unos y otros.
20

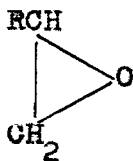
Aunque he descubierto que en ciertas condiciones óptimas cantidades en extremo pequeñas de éstos polimeros consiguen el resultado deseado cuando se añaden al baño de hilatura, la solución de Viscosa, o ambos, y el 0.001% de
25 estas combinaciones ha resultado suficiente, en general he comprobado que la adición de las mismas en un exceso considerable sobre 0.05% debe evitarse por razones de economía.



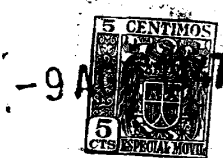
179289

Prefiero usar una adición como de 0.005% basado en el ingrediente activo de las combinaciones elegidas. Aunque estos óxidos alkilénicos polimerizados etc., puede añadirse al baño de hilatura o a las soluciones hiladoras, es preferible añadirlos a los baños por la razón de que es ahora
5 práctica corriente regenerar dichos baños evitando así pérdidas de sus componentes.

Los óxidos alkilénicos polimerizados, destinados a usarse en combinación con soluciones de Viscosa, con baños
10 de hilatura ácidos o con ambos, pueden prepararse por procedimientos conocidos. El grado de polimerización de óxidos alkilénicos pueden variar en gran medida variando las condiciones en que se induce la polimerización, y he comprobado que los polimeros de óxido alkilénicos y etilénicos
15 que tienen un grado de polimerización superior a 30 son especialmente útiles para impedir las incrustaciones de las toberas siempre que sean lo bastante solubles y estables en los baños de hilatura, en las soluciones de Viscosa, o en ambos. Los oxidos alkilénicos propios para ser polimeriza-
20 dos tienen la estructura



en la cual R representa hidrógeno y radical alkilo, ciclo-alkilo o arilo.



79289

Los siguientes ejemplos servirán para ilustrar el presente invento.

Ejemplo 1.

Una solución corriente de Viscosa se hiló en un
5 baño de hilatura ácida bien conocido que contenía ácido sulfúrico, sulfato sódico, sulfato magnésico y una pequeña cantidad de sulfato de cinc. Cuando se añadió como 0.005% de un óxido etilénico polimerizado que tenía un grado de
10 polimerización de unos 91 (fabricado con el nombre comercial "WAX" 4.000" por Carbide and Carbon Chemical Corporation, Nueva York, N.Y.) calculado sobre el baño de hilatura, se eliminaron durante un largo funcionamiento la mayor parte de las irregularidades y dificultades de la hilatura.

Ejemplo II

15 La combinación superficialmente activa expuesta en el ejemplo 1, se añadió a una solución de Viscosa corriente antes de hilarla, y se impidió la formación de incrustaciones en las toberas por las cuales se extendía dicha solución para formar rayón de Viscosa durante un funcionamiento
20 largo.

Ejemplo III

La combinación superficialmente activa mencionada en el ejemplo 1 se añadió tanto al baño de hilatura como a la solución de Viscosa e impidió la formación de incrustaciones en las toberas durante un periodo de tiempo relativamente largo.
25

Ejemplos de otros óxidos alquilénicos polimerizados,

- 9 AGO. 1947



179289

convnientes son: el óxido polietilénico con un grado de
polimerización de unos 34 (fabricado con el nombre comer-
cial "Carbowax" 1.500 por Carbide and Carbon Chemicals Corp.
Nueva York, N.Y.) polimerizando óxidos de propileno, glio-
5 cal de metileno etc.,

La solución de Viscosa a expulsar por los orificios
de una tobera puede contener combinaciones adicionales
tales como deslustrantes, proteínas (caseína) etc., como
en la hilatura de hilos de gran fuerza, esto es, hilos que
10 tienen una fuerza seca de por lo menos dos gramos por der-
nier, tal como los que se usan en construcciones de neumá-
ticos y artículos de caucho mecánicos (correas, mangueras,
etc.,) y en los procedimientos bien conocidos de hilatura
"continua" la contaminación de las toberas es particular-
15 mente seria, el invento es de especial importancia en
este terreno. Me descubierto además por la experimentación
que los óxidos de alqueno polimerizados, por ejemplo, los
óxidos polietilénicos que son no solo lo bastante solubles
y estables en dichos baños de hilatura sino que además son
20 capaces de producir partículas coloidales cargadas negati-
vamente que ocurren como contaminaciones en el baño de hi-
latura, tales como, por ejemplo, partículas de azufre colo-
idal, impiden el atascamiento de los orificios de tobera
con mas eficiencia que los óxidos alquilénicos, que no pre-
25 cipitan partículas cargadas negativamente. Las modificaci-
ones de mi procedimiento serán facilmente comprendidas por
los profesionales y deseo incluir todas las modificaciones



79229

y variaciones que entran en la finalidad de las reivindicaciones anexas. En estas el termino "óxido alquilénico" está destinado a cubrir el óxido etilénico por si mismo, sus homólogos (por ejemplo, el óxido propilénico etc.)
5 y sus productos de substitución.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, en fecha 7 de marzo de 1940, bajo el nº 322.755, se acoge a los beneficios del artículo 51 del Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

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

1.- Un procedimiento para la fabricación de hilos de viscosa en que una solución de viscosa se expulsa al través
15 de los diminutos orificios de una tobera en un baño precipitante ácido para formar filamentos y similares de la misma, caracterizado por la operación de hilar los filamentos de viscosa en presencia de una cantidad muy pequeña de un óxi-
do alquilénico polimerizado, superficialmente activo, disu-
20 elto y virtualmente estable, con lo cual se le impide virtualmente la incrustación de los orificios en la operación de hilatura.



179289

21
2.- Un procedimiento de fabricación según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque el óxido alquilénico polimerizado superficialmente activo tiene un grado de polimerización de unos 30.

5 3.- Un procedimiento de fabricación según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque se usa óxido etilénico polimerizado superficialmente activo.

4.- El procedimiento de fabricación reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el óxido alquilénico polimerizado superficialmente activo está presente en cantidad de 0.0001 a 0.5% de peso del baño de hilatura o solución de viscosa que contiene dicho óxido alquilénico.

15 5.- Un procedimiento para la fabricación de hilos de viscosa donde se exprime una solución de viscosa al través de menudos orificios de una tobera a un baño precipitante ácido que contiene cinc, para formar filamentos y similares, caracterizado porque se hilan los filamentos de viscosa en presencia de una cantidad muy pequeña de óxido alquilénico polimerizado superficialmente activo
20 virtualmente estable disuelto, con lo cual se impide virtualmente la incrustación de la tobera durante la operación de hilatura.

25 6.- Un procedimiento para la fabricación de hilo de viscosa en que se expulsa una solución de viscosa por menudos orificios de una tobera a un baño precipitante ácido que contiene sulfato de cinc para formar filamentos, y similares, caracterizado, por hilar los filamentos de



179289

21/11/47

viscosa en presencia de una cantidad muy pequeña de un
óxido alquilénico polimerizado superficialmente activo vir-
tualmente estable y disuelto, con lo cual se evita virtual-
mente la incrustación de las toberas durante la operación
5 de hilado.

7.- Un procedimiento de producir rayón.

Tal y como se ha descrito en la memoria que ante-
cede, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de nueve hojas escritas
10 a máquina por una sola de sus caras.

Madrid. 21 NOV. 1947

P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder