

181085

PATENTE DE INVENCIÓN

(575.661)

181085



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de fabricación de fibras artificiales
"filamentos y similares de acetato de celulosa".

=====
Solicitantes: COURTAULDS LIMITED, domiciliados en
16 St. Martin's le Grand, LONDRES,
Inglaterra.

=====
La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de fibras artificiales, filamentos, hilos y sus similares de acetato de celulosa por hilado en húmedo de solución esterificada.

5. En la memoria descriptiva de la patente n^o 26502/1906 se describe un procedimiento para preservar soluciones de celulosa acidulada, añadiendo al producto de reacción obtenido por la acidulación de la celulosa, hidrocelulosa u oxixelulosa por medio de ácido anhídrido
10. o ácido clorhídrico en presencia de un medio de condensación, una sustancia adaptada para neutralizar el medio



- de condensación contenido en el mismo. El procedimiento se efectúa añadiendo a la masa (el producto de la esterificación), una sustancia básica o una sal y entre las sustancias básicas mencionadas se encuentran la metilamina, guanidina, anilina, amidofenoles, y sus ésteres o éteres y entre las sales los formatos y acetatos. Las soluciones tratadas por este procedimiento han demostrado que pueden conservarse en buenas condiciones durante un período indefinido y ser muy apropiadas para la fabricación de seda artificial, películas y otros objetos.
- 15.
- 20.

- La memoria descriptiva de la patente n^o 8369/1907, describe un procedimiento para el tratamiento de ésteres de celulosa ácidos orgánicos que han sido preparados poniendo en contacto sustancias que tienen una acción ácida final perjudicial, con una base adecuada o sal formada con tal base con un ácido flojo inmediatamente después del proceso de formación o de disolución o inmediatamente después de haber sido trabajadas las soluciones obtenidas en forma de hilos o películas. Ejemplos de sustancias apropiadas son: acetato sódico, amoníaco, acetato amónico, amoníacos alquilados y sus sales con ácidos ligeros. Las soluciones pueden filtrarse y emplearse directamente para ser trabajadas en hilos, películas o en otras formas.
- 25.
- 30.
- 35.

- En la memoria descriptiva de la patente n^o 366.110 se describe un procedimiento para la fabricación de filamentos, hebras, hilos y sus similares, que comprende soluciones de hilado de derivados orgánicos de celulosa
- 40.



81085

- 3 -

en líquidos orgánicos que contienen hasta 4 por ciento del peso de la celulosa de una sustancia que es insoluble para el derivado de celulosa, es soluble en dicho disolvente y aumenta la conductividad eléctrica de dicho disolvente. Ejemplos de sustancias de adición son sales metálicas, por ejemplo, cloruro de aluminio, sulfato o resinato o cloruro bórico, jabones metálicos, por ejemplo, cobre, magnesio o cinc, oleato y ricinoleato potásico y bases tales como por ejemplo, trietanolamina.

45. En la memoria descriptiva de la patente norteamericana n^o 2.308.141, se describe un procedimiento para la producción de filamentos mediante expulsión de una solución ácida de acetato de celulosa en un baño de coagulación que comprende esencialmente una

65. solución acuosa de una amina acuosoluble que tiene una ionización constante mayor que 1×10^{-6} . Como ejemplos de semejantes aminas se mencionan la dietanolamina, trietanolamina, bencilamina, diamina etilénica y diamina hexametilénica.

60. Hemos descubierto ahora que podemos neutralizar el ácido sulfúrico catalítico presente en la solución de esterificación añadiendo trietanolamina y que la solución obtenida puede expulsarse en un baño de coagulación adecuado para dar fibras útiles. Si se desea, la

65. solución de esterificación puede tratarse parcialmente para hidrolizar el triacetato de celulosa antes de añadir la trietanolamina.

El procedimiento de la presente invención permite hilar directamente en fibras una solución de



181085

- 4 -

70. esterificación de acetato de celulosa primaria o secundaria, evitándose con ello las fases de precipitación, lavado, secado y disolver el acetato de celulosa secundario en un disolvente apropiado, tal como acetona. Las soluciones de hilatura de la presente
75. invención pueden expulsarse desde unos surtidores o toberas con un gran número de agujeros, de modo que pueda obtenerse un haz de fibras, que pueden emplearse subsiguientemente para la fabricación de fibras del comercio.
80. La cantidad de trietanolamina añadida a la solución de esterificación variará con la cantidad de ácido sulfúrico empleado para la catalisis de la esterificación. Por ejemplo, si se emplea 15 por ciento de ácido sulfúrico calculado en peso
85. de la celulosa, como catalizador, la cantidad de trietanolamina empleada según nuestro procedimiento puede ser de un 5 por ciento calculado sobre el peso de la solución .
90. Tipos comerciales de trietanolamina contienen dietanolamina y monoetanolamina; por ejemplo, según Snell en "Chemicals of Commerce" publicado por Chapman and Hall Limited en 1940, página 257, una graduación comercial de trietanolamina contiene un 82.5 por ciento de trietanolamina, 15 por ciento de dietanolamina y
95. 2.5 por ciento de monoetanolamina. Cuando se emplean semejantes graduaciones comerciales de trietanolamina, es conveniente emplear, correspondientemente mayores cantidades de las que se utilizan cuando se emplea



181085

- 5 -

trietanolamina pura.

100. El ejemplo siguiente ilustra la presente invención, sin que la misma quede restringida al mencionado ejemplo.

EJEMPLO

105. Se acetilan 100 partes de celulosa segun se describe en el Ejemplo 1 de la memoria descriptiva de la patente n^o 237.567. La solución clara obtenida se hidroliza mediante adición de 27 partes de agua y se continúa la hidrólisis durante 35 a 40 horas a una temperatura de 26^o Centígrados. Se añade 5 por ciento de trietanolamina calculada sobre el peso de la solución para neutralizar el ácido sulfúrico. Se deja reposar la mezcla para efectuar la extracción del aire y después se expulsa a través de un surtidor que contenga 500-3- mil agujeros, dentro de un baño de hilatura que contiene por cada litro 100 gramos de ácido acético y 270 gramos de acetato sódico, La expulsión se lleva a cabo a la temperatura ambiente, Se obtienen hilos de acetato de celulosa útiles que al análisis demostraron tener un contenido en acetilo
- 110.
115. de 54 por ciento.
- 120.

N O T A

125. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la practica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. Tambien se hace constar que dicho invento corresponde a una



81085

- 6 -

130. patente presentada en Inglaterra con fecha 30 de marzo de 1944, acogiendo, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento de fabricación de fibras artificiales, filamentos y similares de acetato de celulosa"; caracterizándose por lo siguiente:
135. 1^a.- Procedimiento de fabricación de fibras artificiales, filamentos y similares de acetato de celulosa, caracterizándose porque la solución de esterificación es expulsada a un baño de coagulación, efectuándose la neutralización del ácido sulfúrico catalítico presente en la solución de esterificación con trietanolamina.
140. 2^a.- Procedimiento de fabricación de fibras artificiales, filamentos y similares de acetato de celulosa, caracterizándose porque la solución de esterificación se hidroliza parcialmente y después se lanza en un baño de coagulación efectuándose la neutralización del ácido sulfúrico catalítico presente en la solución de esterificación parcialmente hidrolizada con trietanolamina.
145. 3^a.- Procedimiento de fabricación de fibras artificiales, filamentos y similares de acetato de celulosa, caracterizándose porque la solución de hilatura para la preparación de fibras, filamentos, hilos y sus similares mediante lanzamiento o expulsión dentro de un baño de coagulación consiste en una solución de esterificación de acetato de celulosa en la que el
- 150.
- 155.



181085

- 7 -

160. ácido sulfúrico catalítico se ha neutralizado con trietanolamina ya sea antes o después de hidrólisis parcial.

4^a.- Procedimiento de fabricación de fibras artificiales, filamentos y similares de acetato de celulosa, según queda descrito en el anterior ejemplo.

165. 5^a.- Procedimiento de fabricación de fibras artificiales, filamentos y similares de acetato de celulosa; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 23 de diciembre de 1947.

COURTAULDS LIMITED.

Por Poder de J. GOMEZ ACESO