

190817

14 DIC.



PATENTE DE INVENCION

Br. 629/49.

190817

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE:

"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE SOLUCIONES PIGMENTADAS
DE ESTERES O ETERES DE CELULOSA".

SOLICITANTES: COURTAULDS, LIMITED, residentes en :
16, St. Martin's-le-Grand, LONDRES,
Inglaterra.

Este invento se refiere a la preparación de soluciones pigmentadas o teñidas de esteres o éteres de celulosa, tal como por ejemplo soluciones pigmentadas de acetato de celulosa, para la obtención de hilos pigmentados o teñidos, de acetato de celulosa.

Hasta ahora ha constituido práctica comercial el preparar las soluciones pigmentadas de acetato de celulosa, por ejemplo las soluciones de acetato de celulosa conteniendo bióxido de titanio, moliendo juntos el pigmento, el acetato de celulosa y un disolvente para éste últi-

- 2 190817¹⁴ DIC. 19



- mo, corrientemente acetona. El bióxido de titanio desecado tal como se vende para emplearlo como pigmento, se encuentra corrientemente en estado de subdivisión muy fina, obtenido por molienda prolongada. Sin embargo, cuando este material finamente fivido se trata con acetona u otro disolvente de acuerdo con la práctica corriente, las partículas del pigmento tienden a formar agregados siendo corriente, por esta razón, el someter la mezcla bióxido de titanio-disolvente del acetato de celulosa a una nueva operación de molienda, con objeto de desintegrar los agregados. La Memoria de la Patente norteamericana n° 2.059.088, describe un método para pigmentar soluciones del ester de celulosa moliendo un pigmento desecado con una pequeña proporción de ester de celulosa seco e incorporando la mezcla resultante a la solución de ester de celulosa a pigmentar; en los Ejemplos, el pigmento desecado y el acetato de celulosa seco se someten a la acción de un molino de bolas durante 48 horas y durante 72 horas, con objeto de obtener soluciones satisfactoriamente pigmentadas.
- 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

- Se ha propuesto también el preparar soluciones pigmentadas de esteres o éteres de celulosa, sin necesidad de tratamiento de molienda. En la Memoria de la Patente norteamericana n° 1.795.764, se propone el obtener esteres y éteres pigmentados y solubles de celulosa, en forma fibrosa, precipitando el pigmento en forma firme dividida directamente sobre el derivado de celulosa; el derivado pigmentado de celulosa puede disolverse en un disolvente adecuado para la obtención de lacas o barnices. La Memoria de la Patente inglesa n° 350.924 descri-
- 35.
 - 40.

14
190817



- be un procedimiento para la pigmentación de esteres y éteres de celulosa, en el que el derivado de celulosa y el pigmento, ambos en estado finamente dividido, se mezclan o agitan sencillamente en un medio líquido que comprende un disolvente para el derivado de celulosa, con, prácticamente, un volumen igual de agua, para que el derivado de celulosa fije el pigmento y, después de separarse, lavarse y secarse, pueda disolverse fácilmente en el disolvente orgánico deseado. La Memoria de la Patente
- 45.
50. inglesa n^o 376.989 describe un procedimiento para la preparación de bases pigmentadas de derivados de celulosa, tales como la nitrocelulosa y el acetato de celulosa, para la obtención de lacas y análogos, en el que se prepara una dispersión del pigmento amasando durante un período prolongado una mezcla no-acuosa consistente en una cantidad relativamente elevada del pigmento, una cantidad relativamente pequeña de un derivado fibroso de celulosa, y un disolvente para este último, siendo tal la viscosidad de la mezcla que las partículas del pigmento se desintegran por frotación, y se impide la nueva aglomeración del pigmento durante el amasado. La Memoria de la Patente
- 55.
60. inglesa n^o 426.912 describe un procedimiento para la obtención de hebras textiles, en el que la solución de filatura se prepara trabajando una masa plástica, que comprende un derivado de celulosa y un disolvente u homogeneizador, y un pigmento, entre rodillos, hasta que la masa plástica adquiere un estado prácticamente seco y se reduce el tamaño de las partículas del pigmento, y dispersando el producto resultante en la solución de filatura que contiene el mismo derivado de celulosa.
- 65.
- 70.

190817



El objeto de este invento es proporcionar un procedimiento perfeccionado y más económico para la obtención de soluciones pigmentadas de esteres y éteres de celulosa, en el que se evita la molienda del pigmento en presencia del derivado de celulosa.

75.

De acuerdo con este invento, un procedimiento para la preparación de una solución pigmentada de un ester o éter de celulosa, comprende las etapas de mezclar un ester o éter de celulosa prácticamente seco y pulverizado, y un pigmento seco en el estado de subdivisión deseada, en la solución, en una proporción que no exceda del 12% en peso, con respecto al peso del ester o éter de celulosa, hasta que el pigmento se encuentre prácticamente distribuido con uniformidad sobre las superficies del polvo de ester o éter de celulosa, y de agitar luego la mezcla seca así obtenida, con un disolvente para el ester o éter de celulosa, hasta que éste se haya disuelto en el disolvente para producir una solución pigmentada.

80.

85.

Los esteres y éteres de celulosa secados al aire contienen normalmente una pequeña cantidad de humedad ocluida, generalmente del orden de 3% y, al aplicar este invento, no es preciso eliminar esta pequeña proporción de humedad. El ester o éter de celulosa puede usarse en estado de completa sequedad, si se desea, pero no ofrece ventajas al eliminar la humedad ocluida.

90.

95.

La mezcla del ester o éter de celulosa seco y en polvo y del pigmento, puede realizarse en cualquier máquina mezcladora adecuada en la que se lleve a cabo una mezcla apropiada de las partículas, tal como por ejemplo, un tambor rotativo, una máquina de volteo o, con preferen-

100.



105. cia, una máquina Werner-Pfleiderer. El tiempo necesario para obtener la mezcla deseada, dependerá en cierto grado del tipo de máquina que se utilice; con una máquina Werner-Pfleiderer, basta corrientemente un período de mezcla de 1 a 2 horas.

110. La disolución del ester o éter de celulosa puede realizarse fácilmente agitando la mezcla pulverulenta y seca, junto con la cantidad de disolvente necesaria para obtener la concentración precisa, en un depósito u otra vasija adecuada; con preferencia, la disolución se realiza en la máquina mezcladora en la que se mezclan los polvos secos. Se prefiere añadir el disolvente en dos ~~com~~ más etapas de tal modo que en la primera la mezcla pulverizada y la cantidad de disolvente empleado son suficientes para formar una pasta que luego se diluye añadiendo y mezclando nuevas cantidades de disolvente hasta conseguir la concentración deseada.

120. El procedimiento a que este invento se refiere puede emplearse para preparar una solución pigmentada que puede hilarse directamente en forma de filamentos, o, como variante, puede prepararse una solución pigmentada más concentrada adecuada para incorporarse como solución pigmentada de repuesto o principal al hilar soluciones preparadas por el procedimiento corriente. Para preparar una solución de filatura directamente, se emplea corrientemente una pequeña concentración de pigmento, con preferencia del orden del 1 al 3%, mientras que para la preparación de soluciones pigmentadas de repuesto o de partida, la concentración de pigmento usada ha de ser mayor, con preferencia comprendida entre los límites de 9 al 12%.

100814 87.



135. Al aplicar el procedimiento a que este invento se refiere se comprueba que cuando las partículas de ester o éter de celulosa que están uniformemente revestidas de pigmento, se mezclan con el disolvente, las partículas de pigmento tienen una tendencia muy pequeña o nula a formar agregados. El examen microscópico de las soluciones pigmentadas obtenidas demuestra que éstas se encuentran notablemente libres de agregados. Es importante que la cantidad de pigmento empleada no exceda del 12%, ya que a 140. concentraciones superiores a esta cifra, el pigmento empieza a mostrar una tendencia a formar agregados.

El pigmento preferido para emplearlo en este invento, es el bióxido de titanio, pero pueden utilizarse otros pigmentos inorgánicos u orgánicos o mezclas de los 145. mismos. Son ejemplos de dichos pigmentos:

Negro de humo,

Azul resistente Monastral BS (Journal of the Society of Dyers and Colourists 1943, pag. 233)

150. Amarillo resistente Monolite GNS (Journal of the Society of Dyers and Colourists, 1943, pag. 223).

Verde Irgalite DBN (The Geigy Company Limited)

Rojo Irgalite CBN (The Geigy Company Limited)

Azul Irgalite KR en polvo (The Geigy Company Limited)

155. Para su empleo en la pigmentación de soluciones de acetato de celulosa y análogas, los pigmentos deben tener un tamaño de partículas no superior a 5 micrones (un micrón es igual a una milésima de milímetro) y, con preferencia, no superior a 1 micrón.

160. El ester de celulosa empleado es, con preferencia, el acetato de celulosa, pero pueden utilizarse otros

190817



esteres tales como el propionato de celulosa, el butirato de celulosa y el acetato-butirato de celulosa. Como ejemplos de éteres de celulosa que pueden emplearse, figuran la etil-celulosa y la bencil celulosa. Al aplicar el procedimiento de acuerdo con este invento, no es necesario reducir el derivado de celulosa a un estado fino de subdivisión. Puede usarse directamente el copo corriente de acetato de celulosa.

165.

Este invento se aclara por los Ejemplos siguientes,

170. en los que las partes son en peso:

EJEMPLO 1 -

Se mezclaron juntas, durante 1 hora, en una máquina Werner-Pfleiderer, 3 partes de bióxido de titanio y 103 partes de acetato de celulosa secundario que atravesaba el tamiz de 20 a 30 mallas (y que contenía el 3% de humedad y una proporción de acetilo de 54,0% calculado al estado de ácido acético). A continuación se añadieron 145 partes de acetona y se continuó mezclando durante 2-1/2 horas. Luego se añadieron otras 141 partes de acetona y 11 partes de agua y se mezcló durante 1/2 hora. La solución obtenida se hiló en seco a continuación, del modo corriente, para obtener hilos pigmentados.

175.

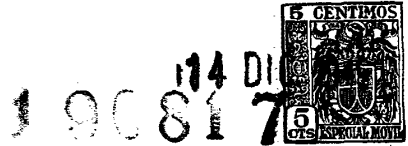
180.

EJEMPLO 2 -

Se mezclaron juntas durante 1 hora en una máquina Werner-Pfleiderer, 9 partes de bióxido de titanio y 103 partes de copos o grumos de acetato de celulosa (que contenían un 3% de humedad y una proporción de acetilo de 54,0% calculado al estado de ácido acético). Se añadieron 145 partes de acetona y se continuó la mezcla durante 4 horas. A continuación se añadieron 141 partes de acetona y 11 partes

185.

190.



de agua y se siguió mezclando durante 1 hora. La solución resultante se empleó como solución de repuesto para preparar soluciones de filatura, con la concentración deseada (corrientemente de 2 a 3% de bióxido de titanio para matear.

195.

EJEMPLO 3 -

Se mezclaron juntas, durante 2 horas, en una máquina Werner-Pfleiderer, 1 parte de Verde Irgalite DBN y 103 partes de acetato de celulosa como el empleado en el Ejemplo 1. Luego se añadieron 140 partes de acetona y 5 partes de agua y se siguió mezclando en la misma máquina durante 5 horas. Durante un período de 1 hora se añadieron otras 140 partes de acetona y 5 partes de agua y luego se siguió mezclando durante otras dos horas. Se obtuvo una solución adecuada para la filatura en seco.

200.

205.

EJEMPLO 4 -

Se mezclaron juntas, durante 1 hora, en una máquina Werner-Pfleiderer, 3 partes de óxido de titanio y 103 partes de acetato de celulosa, como el usado en el Ejemplo 1. A continuación se añadieron 290 partes de acetona y 11 partes de agua y se continuó mezclando durante 3 horas. Se obtuvo una solución adecuada para la filatura en seco.

210.

- N O T A -

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, se hace constar que los procedimientos anteriormente descritos son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento. También se hace constar que dicho in-

215.

220.

190817

14 DIC



225. vento se refiere a una Patente presentada en Inglaterra con fecha 10 de Enero de 1949, bajo el N° 629, acogién- dose por lo tanto a los beneficios que conceden los Con- venios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del invento y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España: "Procedimiento de obtención de soluciones pigmentadas de esteres o éte- res de celulosa"; caracterizándose por lo siguiente:

230. 1º - Procedimiento de obtención de soluciones pigmentadas de esteres o éteres de celulosa, caracteriza- do por comprender las etapas de mezclar un ester o éter de celulosa prácticamente desecado y pulverizado, y un pigmento seco en el estado de subdivisión deseado, en la solución, en una proporción no superior al 12% en peso con respecto al peso del ester o éter de celulosa, hasta 235. que el pigmento está prácticamente distribuido de modo uniforme sobre las superficies del ester o éter de celu- losa en polvo, y de agitar luego la mezcla seca así obte- nida con un disolvente para el ester o éter de celulosa, 240. hasta que este último se haya disuelto en el disolvente para formar una solución pigmentada.

245. 2º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado porque el disolvente se añade en dos o más etapas, de tal modo que en la primera, la mezcla pulverizada y la cantidad de disolvente empleada son suficientes para formar una pasta que luego se diluye en ulteriores cantidades de disolvente, hasta alcanzar la concentración deseada.

250. 3º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el ester o éter

190817



de celulosa se emplea en la condición o estado de seco al aire.

255. 4º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado porque el ester de celulosa usado es el acetato de celulosa.

5º - Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el pigmento empleado es el bióxido de titanio.

260. 6º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado por aplicarse prácticamente, tal como se describe en cualquiera de los Ejemplos anteriores.

265. 7º - Procedimiento de obtención de soluciones pigmentadas de esteres o éteres de celulosa, caracterizado por la preparación de soluciones pigmentadas de esteres o éteres de celulosa, cuando se obtienen por el procedimiento especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

270. 8º - Procedimiento de obtención de soluciones pigmentadas de esteres o éteres de celulosa; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria que consta de diez hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 14 de diciembre de 1949.

COURTAULDS, LIMITED,
Per Poder de J. GOMEZ ASALA