

P - 7939

File 554.



91796

10/17/6

22

50

22 FEB. 1950

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

1 91796

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de AMERICAN VISCOSE CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por

"UN PROCEDIMIENTO DE HACER FIBRAS O HILOS
ARTIFICIALES DE VISCOSA".

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

Este invento se refiere a un procedimiento de hacer fibras o hilos artificiales de viscosa.

Un objeto general del invento es producir fibras de xantato de celulosa puro capaces de ser estiradas y destinadas a usarse en reacciones que implican el grupo

5

22F



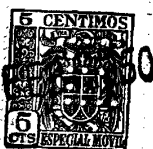
191796

xantato, por ejemplo reacciones con varios agentes de enlace cruzado y otros, o para convertirlas en fibras de celulosa regenerada que tienen las propiedades características de las fibras de algodón, esto es, pequeña extensibilidad baja, especialmente en estado húmedo, combinada con una tenacidad de buena a superior.

Según el invento, la viscosa se hila en un agente coagulador acuoso que no es un agente regenerador de la celulosa, y que contiene ácido acético y o bien sulfato sódico, o bien acetato sódico, o una mezcla de ambos, y los filamentos continuos de xantato de celulosa así obtenidos se retiran del baño de coagulación y se someten al máximo estirado que acepten los filamentos sin rotura, usualmente de 50 a 200%. Los productos secundarios de viscosa, se deshacen en el baño que contiene ácido acético y los filamentos o hilos retirados del baño comprenden xantato de celulosa virtualmente puro.

En general, el baño contiene de 1 a 20% de ácido acético y de 5 a 30% de sulfato sódico, acetato sódico o una mezcla de ambos. Para obtener los resultados óptimos, la composición del baño debe regularse según la composición y edad de la viscosa. Por ejemplo, cuanto más alto sea el punto de sal de la viscosa empleada, tanto más alta tiene que ser la concentración de ácido acético en el baño. Similarmente, cuanta más baja sea la proporción entre celulosa e hidróxido sódico en la viscosa, tanto más alta debe ser la concentración del ácido acético en el baño, dentro de los límites especificados. El contenido de sulfato sódico,

22



191796

acetato sódico o ambos del baño puede variar dentro del límite establecido, pero como el ácido acético, el sulfato sódico y el acetato sódico ejercen toda una acción deshidratadora sobre la viscosa, la concentración total de estos ingredientes, o de dos de ellos cuando el baño contiene sólo ácido acético y sulfato sódico o acetato sódico, debe ser por lo menos de 15%. El baño debe contener ácido acético y sulfato sódico o acetato sódico. Los filamentos obtenidos por el procedimiento de este invento no pueden obtenerse exprimiendo la viscosa en un baño coagulador que contenga bien el acetato acético u otro ácido orgánico sólo, o el sulfato sódico o el acetato sódico o ambos solos.

El punto de sal (cloruro sódico) de la viscosa, puede ser de 3 a 12, y es con preferencia de 4 a unos 6, que es el punto de sal de cloruro sódico a que usualmente se hila la viscosa.

Cualquiera que sea la concentración del ácido acético en el baño, al comienzo de las operaciones, disminuye conforme avanza el hilado. Para mantener el ácido acético a la concentración deseada, pueden añadirse las cantidades requeridas de ácido acético como tal al baño, o puede añadirse ácido sulfúrico en cantidades calculadas para desplazar ácido acético del acetato sódico formado como subproducto, y producir sulfato sódico.

Las fibras de xantato de celulosa producidas por el presente invento dan, después del estirado y del tratamiento con un agente regenerador de la celulosa, filamentos o hilos de celulosa regenerada que se caracterizan por su poca exten-



191796

sibilidad, especialmente en estado húmedo y por una tenacidad de buena a superior. Las extensibilidades en húmedo y en seco son de 4 a 8%. Estas extensibilidades distinguen las presentes fibras o hilos de las fibras o hilos de celulosa regenerada producidos con viscosa por los meros procedimientos de baño habituales, que tienen una extensibilidad en húmedo de 16% a 35% y una extensibilidad en seco de 15 a 25%. La fuerza ten-
5 sil de las fibras o hilos del invento es de 3 hasta no menos de 4.5 gr. por denier en seco; de 2 a 3.5 gr. por denier en
10 húmedo. En general las tenacidades aumentan al aumentar la proporción entre celulosa e hidróxido sódico disminuyendo simultáneamente el contenido de ácido acético del baño. La proporción máxima entre celulosa e hidróxido sódico que puede usarse, depende de la máxima viscosidad de la viscosa que sea
15 práctico emplear en el equipo de que se disponga. Por consiguiente, usualmente no es práctico rebasar una proporción de 2:1 entre la celulosa y el hidróxido sódico.

Las fibras de celulosa regenerada, obtenidas por el presente método, son de sección ovoides y contienen
20 muchas huequillas que aparecen en todas las porciones de la sección. El examen microscópico de ésta, no revela piel en las fibras como la que existe en las fibras de celulosa regenerada normales. Las fibras no se encogen ni se contraen cuando se sumergen en agua, y se ha comprobado que tienen una
25 extensibilidad en húmedo de sólo 1.5 a 5% a cargas de 1 gr. por denier.

Las fibras de celulosa regenerada producidas por el método de este invento, son comparables a fibras de

22F



191796

algodón y pueden usarse para linae a los cuales no se han
destinado hasta ahora las fibras de celulosa regenerada. Las
telas hechas de hilos de estas fibras se pueden comparar muy
favorablemente con las telas de algodón. La prominente ventaja
5 de las telas de algodón sobre las de rayón compuestas por
hilos de fibras de celulosa regenerada normal, es la resis-
tencia a la deformación en el estirado que caracteriza las telas
de algodón. Las telas formadas de hilos fabricados de fibras
de celulosa regenerada producidas según este invento, mues-
10 tran la resistencia a la deformación en el estirado y la resis-
tencia a la pérdida de la forma que poseen las telas de algo-
gón. Los hilos de estas fibras de celulosa regeneradas pueden
tejerse en telas útiles para camisería, y las camisas hechas
de estas telas no pierden su forma durante el lavado. Las
15 telas de celulosa regenerada son también útiles como rellenos
para artículos de resina laminados o para cualquier otro fin
en el cual sean requisitos primarios la alta fuerza y la re-
sistencia al cambio dimensional.

Ejemplo I

20 Una viscosa de viscosidad normal y de una pro-
porción entre celulosa e hidróxido sódico de 1.05:1 y un punto
de sal (cloruro sódico) de 4.4, se hiló en un baño de coagula-
ción acuoso que contenía 10% de peso de ácido acético y 10%
de peso de sulfato sódico, a 50°C, usando una hiladora de 200
25 orificios, cada uno del diámetro de 0.0025". Se sumergieron
los filamentos durante 5" en el baño coagulador. Los hilos de
xantato de celulosa, se retiraron del baño y se sometieron
al máximo estirado que podían aceptar sin romperse, después



2 1950

191796

de lo cual se hicieron pasar por un baño regenerador de celulosa que comprendía una solución acuosa de 20% de peso de ácido sulfúrico y 10% de peso de sulfato sódico, teniendo el baño unos 40°C de temperatura. El hilo de 150 denier se recogió a 60 metros por minuto en una caja de hilatura que giraba a 7.000 r.p.m., con lo cual se dió al hilo una torsión de unas tres vueltas por 25 mm. El hilo se lavó luego, se desulfuró, se blanqueó y se terminó en la forma habitual. El hilo terminado tenía las propiedades siguientes:

Fuerza Tensil	Alargamiento a rotura %		Alargamiento a 2g/d		Alargamiento a 1g/d.		Esponjamiento del corte %
	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	
3.48	2.21	5.5	4.8	2.8	2.1	41	

Ejemplo II

Una viscosa de viscosidad normal y de una proporción entre celulosa e hidróxido sódico de 1.05:1 y un punto de sal (cloruro sódico) de 4.0, se hiló en una bañó coagulador acuoso que contenía 13% de peso de ácido acético y 13% de sulfato sódico a 50°C, usando una hiladora de 120 grificios cada uno de ellos de 0.0025" de diámetro. Se dió a los filamentos una inmersión de 5" en el bañó de coagulación, y luego los filamentos de xantato de celulosa se quitaron del bañó y se sometieron al estirado máximo sin rotura (unos 200%). La regeneración de la celulosa se efectuó mientras los filamentos se hacían pasar entre los cangilones de estirado, comprendiendo el medio regenerador una solución acuosa que contenía 10% de peso de ácido sulfúrico y 10% de peso de sulfato sódico a unos 40°C. El hilo de 150 denier se recogió y se trató como en el ejemplo I. Las propiedades de hilo resultantes fueron

22F



191796

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

las siguientes:

	Fuerza Tensil		alargamiento a rotura		alargamiento a 2 g/d.	alargamiento a 1 g/d.	esponjamiento del corte
	seco	humedo	seco	humedo	seco	humedo	%
5	3.28	1.97	5.3	5.1	2.9	2.7	36

Este hilo se tejió en un tafetán que resultó tener estabilidad dimensional mucho mayor que una tela de rayón normal comparable.

Ejemplo III

- 10 Una viscosa de viscosidad normal y de una proporción entre celulosa e hidróxido sódico de 1.05:1 y un punto de sal (cloruro sódico) de 6.9, se hiló en un baño coagulador acuoso que contenía 15% de peso de ácido acético y 20% de peso de sulfato sódico a 50°C usando una hiladora de 150 orificios
15. cada uno de ellos de 0.0025" de diámetro. Se dió a los filamentos una inmersión de 10" en el baño coagulador. Los hilos de xantato de celulosa se retiraron del baño y se sometieron al estirado máximo, después de lo cual se les hizo pasar por un baño regenerador de celulosa que contenía una solución acuosa de 20% de peso
- 20 de ácido sulfúrico y 10% de peso de sulfato sódico, estando el baño a unos 50°C de temperatura. El hilo de 150 denier se recogió a 60 metros por minuto en una caja de hilatura que giraba a 7000 r.p.m. con lo cual se dió al hilo una torsión de unas tres vueltas por 25 mm. Luego el hilo se lavó, desulfuró, blanqueó y
- 25 acabó en la forma habitual. El hilo terminado tenía las siguientes propiedades:



191796

Fuerza tensil g/d.		alargamiento a rotura %		alargamiento a 2 g/d.		alargamiento a 1 g/d.	
seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo
3.38	1.94	5.1	4.5	2.8			2.4

5

Ejemplo IV

Una viscosa de viscosidad normal y con una proporción entre celulosa e hidróxido sódico de 1.05:1 y un punto de sal (cloruro sódico) de unos 4.0, se hiló en un baño coagulador acuoso que contenía 13% de peso de ácido acético, 8% de peso de sulfato sódico y 5% de peso de acetato sódico, a 50°C usando una hiladora de 120 orificios, cada uno de 0.0025" de diámetro. Se dió a los filamentos una inmersión de 3" en el baño coagulador. Los hilos de xantato de celulosa se retiraron del baño y se sometieron al máximo estirado, durante el cual se les hizo pasar por un baño regenerador de celulosa que comprendía una solución acuosa de 10% de peso de ácido sulfúrico y 10% de peso de sulfato sódico, teniendo el baño una temperatura de unos 45°C. El hilo de 150 denier se recogió y trató como en el ejemplo anterior. El hilo terminado tenía las siguientes propiedades:

10

15

20

Fuerza tensil		alargamiento a rotura %		alargamiento a 2g/d.		alargamiento a 1 g/d.		esponjamiento del corte	
seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	%	
3.17	1.84	5.7	4.6	3.1		2.6		45.8	



191796

Ejemplo V

Lo mismo que el ejemplo IV, salvo que el baño coagulador contenía 13% de peso de ácido acético, 5% de peso de sulfato sódico y 8% de peso de acetato sódico. El hilo terminado tenía las propiedades siguientes:

Fuerza tensil		Alargamiento a rotura %		Alargamiento a 2g/d	Alargamiento a 1g/d	Esponjamiento del corte
seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	%
3.05	1.75	4.6	4.1	2.5	2.3	46.4

Ejemplo VI.

Lo mismo que el ejemplo IV salvo que el baño de coagulación contenía 13% de peso de ácido acético y 13% de peso de acetato sódico. El hilo terminado tenía las propiedades siguientes:

Fuerza tensil		Alargamiento a rotura %		Alargamiento a 2g/d	Alargamiento a 1g/d	Esponjamiento del corte
seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	%
3.11	1.77	6.0	5.1	3.3	3.0	41.1

Ejemplo VII

Una viscosa de viscosidad y composición normales (proporción entre celulosa e hidróxido sódico menor de 1:1) y con un punto de sal (cloruro sódico) de unos 4.0 se hiló en un baño de coagulación acuoso que contenía 13% de peso de ácido acético y 13% de peso de sulfato sódico a 50°C, usando una hiladora que tenía 980 orificios, cada uno de ellos de 0.0025" de diámetro. Se dió a los filamentos una inmersión de 5" en el baño coagulador. Los hilos de mantato de celulosa se retiraron del baño y se sometieron al estirado máximo durante el cual se les hizo pasar por un baño regenerador de celulosa que comprendía una solución acuosa de 10% de peso



191796

de ácido sulfúrico y 10% de sulfato sódico, estando el baño a unos 45°C de temperatura. El hilo de 500 denier se recogió y trató como en el ejemplo III. El hilo terminado tenía las siguientes propiedades:

5	Fuerza tensil		alargamiento a rotura %		alargamiento a 2 g/d. seco	alargamiento a 1 g/d húmedo	denier por filamento*	esponja del corte
	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo		%
	2.98	1.72	4.5	3.9	2.5	2.3	0.51	43.7

10 * calculado por la cuenta real de filamentos.

Ejemplo VIII

Una viscosa de viscosidad y composición normales (proporción entre celulosa hidróxido sódico menor de 1:1) y con un punto de sal (cloruro sódico) de 10.0 se hiló en un baño coagulador acuoso que contenía 20% de peso de ácido acético y 10% de peso de sulfato sódico a 50°C, usando una hiladora de 120 orificios, cada uno de 0.0025" de diámetro. Los filamentos se sumergieron 7" en el baño coagulador. Los hilos de xantato de celulosa se retiraron del baño y se sometieron al estirado máximo que podían aceptar sin romperse, después de lo cual se les hizo pasar por un baño regenerador de celulosa que comprendía una solución acuosa de 15% de ácido sulfúrico y 10% de sulfato sódico a 50°C. El hilo de 150 denier se recogió a 70 metros por minuto en una caja de hilatura que giraba a 7.000 r.p.m. con lo cual se le dió una torsión de unas tres vueltas por 25 mili-metros. Luego se lavó el hilo, se desulfuró, se blanqueó y se terminó en la forma habitual. El hilo terminado tenía las propiedades siguientes:



191796

Fuerza tensil		alargamiento %		alargamiento a 2 g/d.		alargamiento a 1 g/d.	
seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo
3.69	2.37	7.1	5.6	3.2			2.8

5

Ejemplo IX

Lo mismo que el ejemplo VIII salvo que la viscosa usada se preparó de celulosa de sosa sin mercerizar. Esta viscosa tenía una caída de bola de unos 230 segundos en comparación con unos 60 segundos de la viscosa normal. El hilo terminado tenía las siguientes propiedades:

10

Fuerza tensil		alargamiento %		alargamiento a 2 g/d.		alargamiento a 1 g/d.		esponjamiento del corte %	
seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo		
3.31	2.26	5.6	5.4		2.8		2.7		50.2

15

Ejemplo X

Una viscosa que contenía como un 8% de celulosa y como 6.5% de hidróxido sódico, y que tenía un punto de sal (cloruro sódico) de 4.3, se hiló en un baño coagulador acuoso que contenía 5% de peso de ácido acético y 20% de peso de sulfato sódico, a 40°C, usando una hiladora de 120 orificios, cada uno de ellos de 0.0025" de diámetro. Se dio a los filamentos una inmersión de 5" en el baño coagulador. Los hilos de xantato de celulosa se retiraron del baño y se sometieron al estirado máximo que podían admitir sin romperse después de lo cual se hicieron pasar por un baño regenerador de celulosa que comprendía 15% de peso de ácido sulfúrico y 15% de peso de sulfato sódico, estando el baño a unos 40°C de temperatura. El hilo de 280 denier se recogió a 60 metros por minuto en una caja de hilatura que giraba a 7000 r.p.m. con lo cual se

20

25



191796

dió al hilo una torsión de unas tres vueltas por 25 mm. El hilo se lavó luego, se desulfuró, se blanqueó y se acabó en la forma habitual. El hilo terminado tenía las siguientes propiedades:

5

Fuerza tensil		Alargamiento	
g/d		%	
seco	húmedo	seco	húmedo
4.28	3.18	5.3	5.1

Ejemplo XI

10

Se repitió el ejemplo X, salvo que la viscosa tenía un punto de sal (cloruro sódico) de 5.7. El hilo tenía las propiedades siguientes:

15

Fuerza tensil		Alargamiento	
g/d		%	
seco	húmedo	seco	húmedo
4.17	3.22	5.6	5.0

Ejemplo XII

20

Una viscosa que contenía como un 8% de celulosa y como 6.5% de hidróxido sódico y tenía un punto de sal (cloruro sódico) de 4.3, se hiló en un baño coagulador acuoso que contenía 5% de peso de ácido acético, 15% de peso de sulfato sódico, a 50°C, usando una hiladora de 120 orificios cada uno de 0.0025" de diámetro. Se sumergió al oscilamiento durante 12" en el baño coagulador. Los hilos de xantato de celulosa se retiraron del baño y se les dió el máximo estirado en cangilones que podían aceptar sin romperse, después de lo cual se hicieron pasar, por un baño regenerador de celulosa que comprendía 15% de peso de ácido sulfúrico y 15% de peso de sulfato sódico, teniendo el baño unos 40°C de temperatura. El hilo de 280 denier se recogió a 60 metros por minuto en una caja de hilatura que giraba a 7000 r.p.m., con lo cual se dió al hilo una torsión de unas

30

22 FEB 1950



191796

tres vueltas por 25 mm. Luego el hilo se lavó, desulfuró, blanqueó y acabó en la forma ordinaria. El hilo terminado tenía las siguientes propiedades:

5	Fuerza tensil		Alargamiento	
	g/d		%	
	seco	húmedo	seco	húmedo
	3.96	2.85	5.0	4.9

Como se observará por el ejemplo VII es posible por el presente método, usando un baño coagulador compuesto de una solución acuosa de ácido acético y sulfato sódico, acetato sódico o sulfato y acetato sódicos mezclados, hilar filamentos de denier muy bajo por filamento. Por el presente método se han hilado sin dificultad y un largo período de tiempo filamentos de menos de 1/2 denier por filamento. Como es bien sabido, es difícil hilar filamentos de menos de 1 denier por filamento por los procedimientos de hilatura corrientes. Esta posibilidad de hilar filamentos de denier en extremo bajo por filamento sin dificultad es una ventaja adicional del presente invento en comparación con los métodos conocidos.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 12 de Abril de 1949 bajo el número 87.088 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- O - N O T A - O -

Los puntos de invención propia y nueva que se



191796

presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º. - Un procedimiento de hacer fibras o hilos artificiales de viscosa, caracterizado por las operaciones de exprimir la viscosa en un agente coagulador acuoso que no es un agente regenerador de celulosa y que contiene de 1 a 20% de peso de ácido acético y de 5 a 30% de peso de una sal seleccionada entre el sulfato sódico, el acetato sódico y ambos mezclados, siendo la concentración total de sal y ácido acético por lo menos de 15% de peso; retirar los filamentos continuos de xantato de celulosa así obtenidos del baño, y estirar los filamentos.

2º. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque los filamentos se tratan con un agente regenerador de celulosa para obtener filamentos de celulosa regenerada.

3º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º o 2º, caracterizado porque la viscosa tiene un punto de sal de cloruro sódico de 3 a 12.

4º. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1º a 3º, caracterizado porque la proporción entre celulosa e hidróxido sódico de la viscosa es aproximadamente de 1:1.

5º. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1º a 3º, caracterizado porque la proporción entre celulosa e hidrato sódico de la viscosa es de 1.05:1.

6º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 3º y 4º, caracterizado porque el punto de sal de clo-

22



50

191706

ruro sódico es de 4 a 10, y el agente coagulador contiene por lo menos 5% de ácido acético y de 10 a 20% de sulfato sódico.

7º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 3º a 5º, caracterizado porque el punto de sal de cloruro sódico es de 4 a 6.9, y dicho agente coagulador contiene de 5 a 15% de ácido acético, y hasta 20% de sulfato sódico.

8º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 3º y 5º o en el punto 7º, caracterizado porque el agente coagulador contiene de 5 a 13% de acetato sódico.

9º. - Un procedimiento de hacer fibras o hilos artificiales de viscosa.

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

Esta Memoria consta de quince hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 22 FEB. 1950.

P. A.

Alberto de Elizaburg
Por Poder

Elvira