



1950

P - 7954

File 702.

191797

22 FEB. 1950

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

191797

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 1.617 Pensilvania Boulevard, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN METODO DE FABRICAR FIBRAS ARTIFICIALES
A PARTIR DE VISCOSA".

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

Este invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de fibras artificiales a partir de viscosa.

Un objeto general del invento es el de producir fibras de xantato de celulosa puro, capaces de ser



B. 1950

191797

estiradas y aptas para su uso en reacciones en que entra en juego el grupo xantato, por ejemplo, reacciones que diversos agentes de enlace transversal, o para su conversión en fibras de celulosa regenerada. Un objeto específico del invento es el de crear un procedimiento para producir fibras de celulosa regenerada de gran tenacidad combinada con una baja extensibilidad, especialmente, pequeña extensibilidad en estado húmedo.

De acuerdo con el invento, la viscosa es hilada dentro de un baño acuoso de fijación o solidificación que coagula la viscosa pero no regenera la celulosa y que contiene sulfato de sodio y ácido bórico y que tiene un pH desde 3 hasta 7, para formar filamentos o hilos de xantato de celulosa, y los filamentos o hilos así obtenidos son retirados del baño, y estirados como en un 50 a 200%.

La viscosa puede ser de cualquier índice de sal (cloruro de sodio) pero, con preferencia, el índice de sal es de 3 a 12. Para los fines de este invento, la viscosa debe tener una proporción relativamente elevada de celulosa a hidróxido de sodio, siendo el límite superior determinado por la viscosidad máxima de la viscosa que pueda hilarse sin dificultad. Con preferencia, la proporción de celulosa a hidróxido de sodio es al menos de 1 : 1, por ejemplo, de 1:1 a 2:1, inclusive.

El baño usado para coagular la viscosa que tiene una relación de celulosa a cáustico de al menos 1 : 1, contiene desde 5 a 30% de sulfato de sodio, y una cantidad de ácido bórico cuyo límite superior es determinado por la



1 91797

solubilidad del ácido bórico en soluciones de la concentración dada en sulfato de sodio, a la temperatura del baño, que puede variar desde 35 a 70°C, siendo de al menos 3% la cantidad de ácido bórico.

5 En general, cuanto mayor sea el índice de sal y cuanto menor sea la relación de celulosa a cáustico de la viscosa, mayor será la concentración del sulfato de sodio en el baño de coagulación, dentro de la gama citada, para obtener resultados óptimos.

10 Como quiera que en el baño se introducen iones de sodio con la viscosa, puede ser deseable añadir incrementos de ácido sulfúrico al baño a fin de controlar el pH dentro de la escala de 3 a 7.

15 Estas fibras de xantato de celulosa pueden usarse en diversos procedimientos para varios fines. Por ejemplo, pueden hacerse reaccionar con agentes de enlace transversal o convertirse en tiouretanos de celulosa. En la realización específica preferida del invento, sin embargo, los hilos de xantato de celulosa se tratan con un medio regenerador de la celulosa para producir fibras de celulosa regenerada que tienen propiedades diferentes de las propiedades de las fibras de celulosa regenerada corrientemente producidas. La composición del medio regenerador de la celulosa no es crítica y puede usarse cualquier medio que efectúe la regeneración de la celulosa del xantato de celulosa. Específicamente, el baño de regeneración puede comprender una solución acuosa de ácido sulfúrico y sulfato sódico. Los hilos de celulosa regenerada se caracterizan por extensibilidades muy

20

25



1950

1 91797

reducidas en comparación con los hilos normales de celulosa regenerada. Así, la extensibilidad en húmedo de los hilos obtenidos por el método presente, es desde 6 a aproximadamente 6,5%. Estas extensibilidades se comparan con una extensibilidad en húmedo desde 16 a 35%, y una extensibilidad en seco de 15 a 25% para hilos de celulosa regenerada obtenidos por el método convencional en el cual la viscosa es expulsada dentro de un baño único de coagulación y de regeneración de la celulosa. Al mismo tiempo, las fibras de extensibilidad reducida tienen resistencias a la tracción de 4 o más gramos por denier. En el humedecimiento inicial, las fibras producidas por el presente método no se contraen o encogen y se ha comprobado que tienen una extensibilidad en húmedo de 2 a 5% a cargas de 1 gramo por denier. Los tejidos hechos de hilos hilados a partir de fibras producidas de acuerdo con el invento tienen la ventaja de su estabilidad dimensional y de su resistencia comparables con la estabilidad y la resistencia de los tejidos de algodón, combinadas con el aspecto sedoso de los tejidos de rayón.

El invento se representa en el dibujo anejo en el cual la figura 1 es una representación diagramática de medios para practicar una realización específica, y la figura 2 es una representación diagramática de medios para practicar otra realización específica del invento.

Como se representa en la figura 1, la viscosa es expulsada a través de una tobera 2 dentro de un recipiente 3 que contiene un baño acuoso que es un baño



B. 1950

1 91797

de coagulación para el xantato de celulosa, pero que no re-
genera la celulosa, comprendiendo el baño una solución acuosa
que contiene desde 5 a 30% en peso de sulfato sódico y
al menos 3% de ácido bórico, con preferencia de 4 a 8% de
5 ácido bórico. Los filamentos continuos o hilos así formados
reciben una inmersión normal en el baño (125 a 750 mm.) y
después de retirados del mismo pasan sobre la guía 4 a las
poleas 5 y 6. El hilo es envuelto una o más veces en torno
de las poleas, estando la guía 7 de desplazamiento del hilo
10 dispuesta junto a las poleas 5 y 6 para esa finalidad. El
hilo recibe un estiramiento de 50 a 200% entre las poleas, y a
fin de conseguir esto, la polea 6 puede girar a una veloci-
dad periférica mayor que la velocidad periférica del canchilón
5 o las poleas pueden ser de tamaños diferentes. De la polea
15 6, los hilos son pasados a través del recipiente 8 que con-
tiene un baño de regeneración de la celulosa que puede ser por
ejemplo un baño acuoso que contiene ácido sulfúrico y sulfa-
to de sodio, y que puede contener también otros constituyen-
tes comunmente presentes en baños de regeneración tales como
20 sulfato de zinc o un equivalente del mismo. Después de re-
tirados del baño de regeneración, los filamentos o hilos
pueden recibir los tratamientos posteriores usuales con
líquidos, incluyendo el lavado, y recogerse para su uso
como tales, o pueden ser enviados a un mecanismo cortador
25 para cortarles en fibras discontinuas. Alternativamente,
los filamentos o hilos que abandonan el baño de regenera-
ción, pueden ser enviados directamente al mecanismo cor-
tador, en cuyo caso se tratan con los líquidos de trata-



1 91797

miento posterior después de la operación de cortado. Los filamentos pueden convertirse en fibras cortadas por procedimientos directos de la estopa al pote, en los cuales los filamentos son recogidos en una estopa y convertidos directamente en una mecha.

En la realización representada en la figura 2, los filamentos son retirados del baño, pasados bajo la guía 4 a la polea 9, y luego por encima de la polea 10. El hilo es envuelto una o más veces en torno de las poleas, estando las guías 12 de desplazamiento del hilo dispuestas junto a las poleas 9 y 10 para esa finalidad. Los filamentos que pasan entre las poleas reciben un estirado de 50 a 200%. Un recipiente 11 que contiene el baño de regeneración de la celulosa está soportado en el trayecto de desplazamiento de los filamentos entre las poleas. Los filamentos de celulosa regenerada que abandonan la polea 10 son sometidos a los líquidos de tratamiento posterior o son primero convertidos en fibras discontinuas y sometidos luego a los líquidos de tratamiento posterior, es decir, desulfuración, blanqueo, lavado, etc.

Alternativamente, los filamentos de xantato de celulosa que abandonan el baño de coagulación, pueden hacerse avanzar sobre un carrete de avance del hilo que tiene un estrechamiento para llevar a cabo un estiramiento sobre cuyo carrete reciben el estiramiento deseado y son sometidos a los líquidos de tratamiento posterior.

El invento se ilustra de modo específico por los ejemplos siguientes, en los cuales todas las pro-

2
MALA REPRODUCCIÓN
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



50

1 91797

porciones sea en partes de peso a menos que se especifique expresamente lo contrario.

Ejemplo 1

Una viscosa que contiene como 8% de celulosa y como 6,5% de hidróxido de sodio se hiló a un índice de sal (cloruro de sodio) de 5 en un baño acuoso de coagulación que contenía 21% en peso de sulfato de sodio y 8% en peso de ácido bórico a 50°C, siendo de aproximadamente 4,3 el pH del baño, usando una tobera que tenía 120 agujeros, teniendo cada agujero un diámetro de 0.06 mm. Los filamentos recibieron una inmersión de 300 mm. en el baño de coagulación, se retiraron del baño y recibieron un estiramiento de aproximadamente 190%, entre poleas, usando aparatos como se han representado en la figura 1, después de lo cual se hicieron pasar a través de un baño regenerante de la celulosa que comprendía una solución acuosa de 15% en peso de ácido sulfúrico y 15% en peso de sulfato sódico, teniendo el baño una temperatura de unos 40°C. El hilo tenía un denier de 280. Se recogió a 60 metros por minuto en un pote de hilatura que giraba a 7000 rpm., con lo cual recibió una torsión de aproximadamente 3 vueltas por 2.5 cm. El hilo se lavó luego, se desulfuró, se blanqueó y se acabó en la forma usual. El hilo terminado tenía las propiedades siguientes:

Resistencia a la tracción Alargamiento de rotura
gramos/denier %

25

<u>En seco</u>	<u>En húmedo</u>	<u>En seco</u>	<u>En húmedo</u>
4.24	2.97	6.2	6



1 91797

Ejemplo II.

Se repitió el ejemplo I salvo en que la viscosa tenía un índice de sal (cloruro de sodio) de 4.4 y los filamentos de viscosa coagulada (xantato de celulosa) recibieron un estirado de 180%. El hilo terminado tenía las propiedades siguientes:

	Resistencia a la tracción gramos/denier	Alargamiento de rotura %		
	<u>En seco</u>	<u>En húmedo</u>	<u>En seco</u>	<u>En húmedo</u>
10	4.25	3.23	6.5	6.7

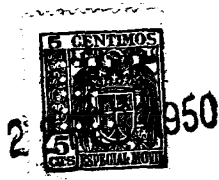
Ejemplo III

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo I con la diferencia de que el índice de sal (cloruro de sodio) de la viscosa fué de 5.4, comprendiendo el baño de coagulación 20% de sulfato de sodio y 8% de ácido bórico, recibiendo las fibras una inmersión de 350 mm. y estirándose el hilo en 185%. El hilo final tenía las propiedades siguientes:

	Resistencia a la tracción gramos/denier	Alargamiento de rotura %		
	<u>En húmedo</u>	<u>En seco</u>	<u>En húmedo</u>	<u>En seco</u>
20	4.50	3.46	6.8	7.3

Ejemplo IV

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo I con la diferencia de que el índice de sal (cloruro de sodio) de la viscosa fué de 4.7, el baño de coagulación consistía en una solución acuosa de 20% de sulfato de sodio y 7% de ácido bórico, el baño tenía una temperatura de 50°C,



191797

las fibras recibieron una inmersión de 250 mm., y el hilo se estiró 180%. El hilo final tenía las propiedades siguientes:

	Resistencia a la tracción	Alargamiento de rotura	
	gramos/denier	%	
5	-----	-----	
	<u>En seco</u>	<u>En húmedo</u>	<u>En seco</u> <u>En húmedo</u>
	4.30	3.38	5.6 6

Ejemplo V

El procedimiento del ejemplo I se repitió, salvo en que la viscosa tenía un índice de sal (cloruro de sodio) de 4.7, y el baño de coagulación consistía en una solución acuosa de 20% de sulfato sódico y 4% de ácido bórico, los filamentos recibieron una inmersión de 450 mm., y el hilo se estiró en 185% entre cangilones. El hilo tenía las propiedades siguientes:

	Resistencia a la tracción	Alargamiento de rotura	
	gramos/denier	%	
	-----	-----	
	<u>En seco</u>	<u>En húmedo</u>	<u>En seco</u> <u>En húmedo</u>
	4.37	3.22	6.5 6.7

Los filamentos, hilos o fibras de celulosa regenerada producidos de acuerdo con el invento son aptos para la fabricación de tejidos tales como para camisería, caracterizados por estabilidad dimensional durante el lavado, como cargas en artículos resinosos laminares, o para cualquier otra finalidad en la cual se desee la resistencia mecánica combinada con resistencia al cambio de dimensiones.



2215

191797

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 5 de Abril de 1949, bajo el No. 85.626, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- O - N O T A - O -

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

10 1º. - Un método de fabricar fibras artificiales a partir de viscosa, caracterizado por la combinación de operaciones de expulsar a través de orificios viscosa que tiene una relación de celulosa a hidróxido sódico de, al menos, 1 : 1, dentro de un medio coagulante acuoso que no es un medio regenerante de la celulosa y que contiene desde 5 a 30% en peso de sulfato sódico y al menos 3% de ácido bórico, teniendo dicho baño un pH de desde 3 a 7, retirar del baño los filamentos continuos de xantato de celulosa así obtenidos, y estirar los filamentos desde 50 a aproximadamente 200%.

20

2º. - Un método según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque la viscosa tiene una relación de celulosa a hidróxido sódico desde 1 : 1 a 2 : 1.

25

3º. - Un método según se reivindica en los puntos 1 o 2, caracterizado porque la viscosa tiene un índice de sal cloruro de sodio de desde 3 a 12.



B. 1950

191797

4º. - Un método según se reivindica en el punto 3, caracterizado porque la viscosa contiene como 8% de celulosa y como 6.5% de hidróxido sódico.

5º. - Un método según se reivindica en los puntos 3 o 4, caracterizado porque el baño de coagulación contiene 20 a 21% de sulfato de sodio y 4 a 8% de ácido bórico en peso.

6º. - Un método según se reivindica en los puntos 4 o 5, caracterizado porque la viscosa tiene un punto de sal cloruro de sodio de aproximadamente 4,4, 4,7, 5 o 5,4.

7º. - Un método según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por tratar los filamentos estirados con un medio para regenerar celulosa.

8º. - Un método según se reivindica en el punto 7, caracterizado porque dicho medio comprende una solución acuosa de ácido sulfúrico y sulfato de sodio.

9º. - Un método de fabricar fibras artificiales a partir de viscosa.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

22 FEB. 1950

Alberto de Izaburu
Por Poder

E. Izaburu

DG/.

191797 1/1.

191797

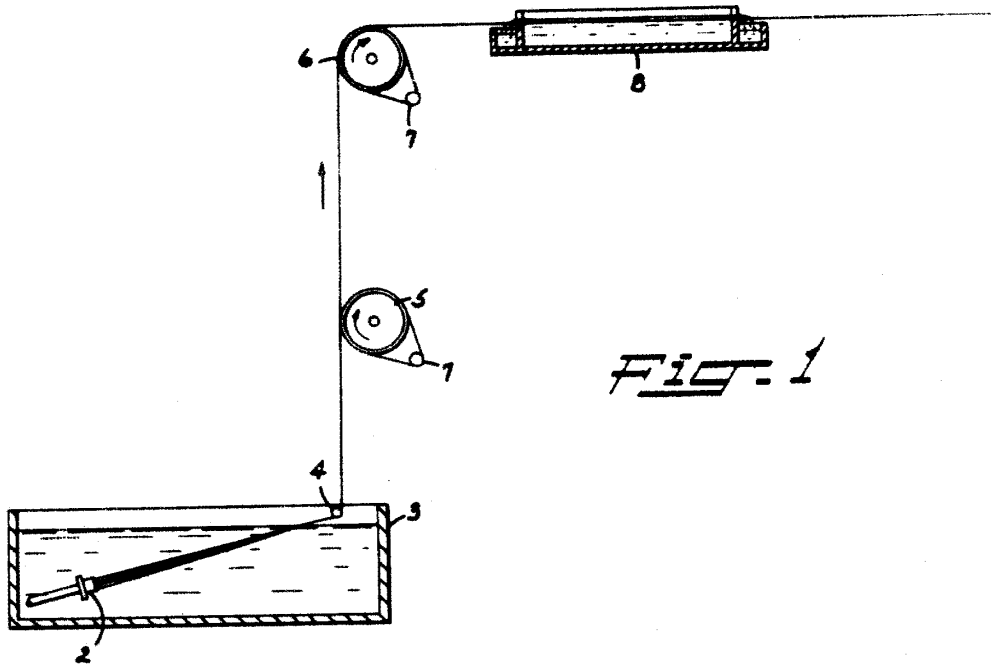


FIG. 1

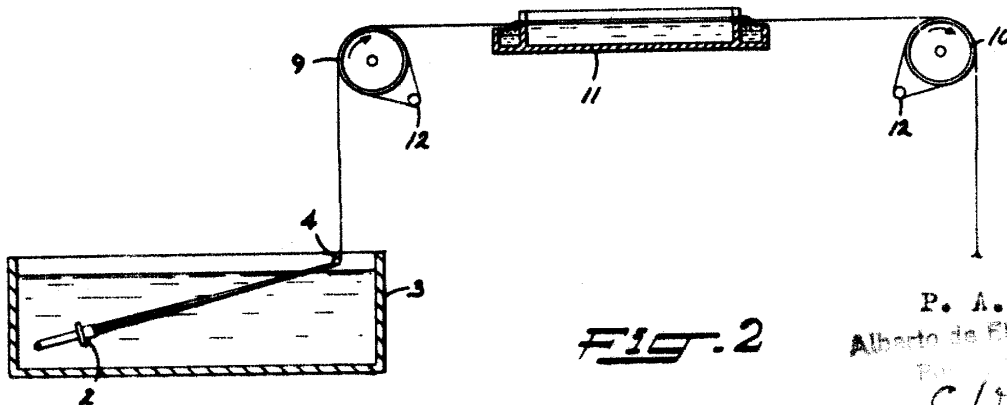


FIG. 2

P. A.
Alberto de Elorza
Eln...