

195760

P. = 8624
15.872/ R



195760

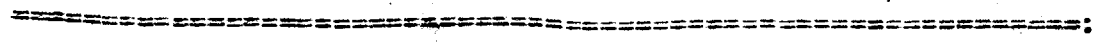
**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

12 DIC. 1950

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 ALGEMENE KONSTELIJDE UNIE N.V., entidad holandesa, establecida en Velperweg nº 76, Arnhem, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE RAYON
"DE VISCOOSA".



El presente invento se refiere a la fabricación de rayon de viscosa, y más especialmente a un procedimiento que implica la adición de agentes de actividad superficial



1950

195760

cial a la solución de viscosa y al baño coagulador de feld-
do, para mejorar las características del producto termina-
do y las condiciones de hilatura en general.

5 Es conocida la adición de combinaciones activas
aniónicas tales como aceites no minerales, altamente sul-
fonados, del tipo que se vende con el nombre comercial de
Prestabilt Oil, a soluciones de viscosa para impedir la tur-
biedad o lechocidad del rojón (véanse patentes de los Esta-
dos Unidos números 1.925.192 y 1.936.479). Aunque estas
10 combinaciones son eficaces a este respecto, las mismas, así
como todos los materiales activos aniónicos tienen tenden-
cia a provocar la obstrucción de los orificios de la pie-
za hiladora. Hasta que se usaron combinaciones acti-
vas catiónicas (véase patente de los Estados Unidos núme-
ros 2.125.031), no se impidió virtualmente la obstrucción
15 de la pieza hiladora.

Así, para mejorar tanto el hilo como las condi-
ciones de hilatura, ha sido necesario añadir una combina-
ción activa aniónica a la solución de viscosa, y una combi-
20 nación activa catiónica al baño ácido de hilatura.
Esto es evidentemente perjudicial, porque las dos clases
de materiales se ponen en contacto mutuo durante la ope-
ración de hilatura y tienen tendencia a formar combinacio-
nes y a precipitarse mutuamente. Además, la combina-
25 ción activa aniónica en la viscosa puede contrarrestar
o retardar la eficacia de la combinación activa catiónica
en el baño de hilatura con respecto a la incrustación de
dicha pieza.



Por tanto sobre una base teórica sería más factible usar una o más combinaciones activas aniónicas o una o más combinaciones activas catiónicas en la solución de viscosa y en el baño de hilatura. Sin embargo, como es sabido que los materiales activos aniónicos se pueden usar en el baño de hilatura por razones prácticas, es necesario que el material común de la solución de viscosa y el baño de hilatura sea de carácter catiónico.

Es, pues, objeto del presente invento ofrecer una combinación activa catiónica que sirva a un tiempo para impedir la lechosis en el hilo de viscosa y reducir la incrustación de la pieza hiladora en el baño.

Otro objeto de este invento es usar pequeñas cantidades de una combinación activa catiónica, bien en la solución de viscosa para que entre en el baño de hilatura durante la operación de hilado, bien añadiéndola directamente al baño de hilatura además de añadirla a la viscosa.

Otro objeto del invento es utilizar una clase particular de combinaciones activas catiónicas que son buenas dispersantes y lo bastante solubles y estables tanto en álcali como en viscosa, para impedir la lechosis del hilo, al paso que al propio tiempo son lo bastante solubles y estables en el baño ácido para impedir la incrustación de la pieza hiladora.

Ahora se ha comprobado que si una amina primaria alifática de cadena larga se hace reaccionar con un óxido alquilénico tal como el óxido etilénico para formar

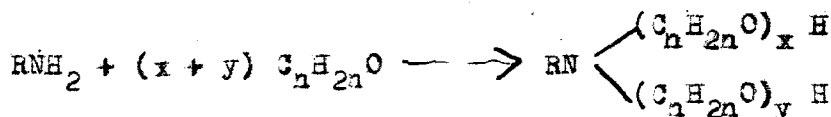


12

195760

una amina terciaria, sus propiedades pueden modificarse en medida que la haga adecuada para impulsar o inhibir la lechosis en el hilo, al propio tiempo que reduce la incrustación de la pieza hiladora. Controlando la longitud de las cadenas de óxido alifático pueden prepararse derivados que son solubles y estables tanto en la solución de viscosas alcalinas como en el baño ácido de hilatura. La necesaria longitud de las cadenas de óxido alifático depende de la longitud del grupo alifático de la amina, porque el grupo de hidrocarburo se hace más hidrofóbico conforme aumenta la longitud de la cadena, al paso que la cadena de óxido alifático se hace más hidrófila conforme aumenta la longitud de la misma. Por tanto, es necesario controlar la longitud de la cadena de óxido alifático de manera que predomine sobre el grupo alifático en la amina, con lo cual el condensado se vuelve lo bastante soluble en una solución acuosa para ser eficaz para los fines que se buscan.

Combinaciones de este tipo se venden por Armour and Company con el nombre comercial de Ethomeans. Estas combinaciones son productos de reacción de aminas primarias alifáticas de cadena larga con óxido de etileno, estando representada en general la reacción como, sigue:



En la fórmula anterior, R representa una cadena alifática que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, con preferencia de

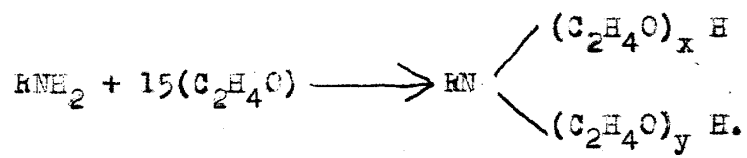
12 D



195760

12 a 14. x e y en por lo menos uno, y x + y es el número total de cadenas de óxido alifático, que puede ser tan bajo como 5 sin ninguna restricción definida del límite superior, aunque de 12 a 18 o más 15 han resultado ser muy eficaces, y n es un número entero pequeño, de 2 a 4, ambos inclusive.

Los Ethomases específicos fabricados por Armour and Company, que han resultado muy eficaces para impedir la lixiviación y la incrustación de la plaza hilerera se conocen por Ethomasa C/25 y Ethomasa S/25. Resolviendo estos en su fórmula estructural en la medida posible, son:



La longitud de la cadena alifática R depende del aceite de que se prepara la amina afin, que en el caso de C/25 es de coco y S/25 es de soya. En ambos casos se añaden a la amina 15 moles de óxido de etileno. Este aparentemente se separa fortuitamente en 2 cadenas designadas con x e y, para formar la amina terciaria. Se ha demostrado que la segunda mol de óxido de etileno es más fuertemente atraída del amino-nitrógeno que el grupo hidroxílico, de modo que se forme una bis-hidroxi-etil-alkil-amina. Después de añadir un total de 5 moles de óxido de etileno a la amina primaria, se determinó que se había convertido en una amina terciaria en más de 99%. Por tanto, teóricamente, el producto de reacción puede contener tan poco como 5 moles de óxido de etileno, con tal que la solubilidad sea



suficiente en álcali y ácido, aunque hasta ahora se ha determinado que para los resultados óptimos se necesitan para la reacción unas 15 moles de ácido de etileno.

Según el invento, el condensador de ácido de etileno y amina terciaria alifática de cadena larga se añade a la viscosa en pequeñas cantidades, por ejemplo, de 0.12% a 0.24%, a base del peso de la celulosa, y, si se quiere, en menores cantidades al baño ácido de hilatura, a base del peso del mismo, claro es que tomando las precauciones necesarias para asegurar una mezcla igual y uniforme con él.

En la práctica, se ha determinado que se consiguen ciertas ventajas si el condensado se añade en los periodos anteriores a la hilatura, por ejemplo, durante la operación de desmenuzamiento, con lo cual la celulosa alcalina parece resultar más esponjosa, cosa que favorece la subsiguientes operaciones de tratamiento.

Después de la adición del condensado, la viscosa se prepara por lo demás en la forma normal y luego se expulsa al través de diminutos orificios de la pieza hiladora a un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares. Examinando el rayón terminado se comprobó que esto era más eficaz que el Prestabit Oil para impedir la lechocidad, incluso usando 5 veces más Prestabit Oil. Además, resultó muy eficaz para impedir la incrustación de la pieza hiladora.

Se hicieron experimentos con respecto a la solubilidad y estabilidad del Ethamesa C/25 y S/25 en ácido y álcali usando soluciones al 2%. Los resultados figu-



195760

ran en el siguiente cuadro.

Ethomeen	Aspecto			
	5% H ₂ SO ₄		6% NaOH	
	Frio	Hirviendo	Frio	+ 24 horas
C/25	Diáfano	Diáfano	Diáfano	Diáfano
S/25	diáfano	diáfano	diáfano	diáfano

Por lo anterior puede deducirse que las combinaciones en cuestión son adecuadamente solubles y estables en ambos medios.

5 Al hacer varios ensayos comparativos en cuanto a la reducción de lechosis, se añadieron a la viscosa Ethomeen C/25 y S/25 en cantidades de 0.12% y 0.24% a base de peso de la celulosa. Estas viscosas se hilaron en la forma normal a la madurez normal de 9.8 y a una madurez más alta de 11 a 11.5. Examinando el rayón terminado se vio que podía compararse favorablemente con el rayón que contenía Prestabit Oil, e incluso le era superior en aspecto.

10 Cuando se añadieron los Ethomeen a la viscosa en las cantidades arriba mencionadas, y la misma se hiló en un baño ácido que no contenía material activo catiónico, se determinó que la presión formada detrás de las piezas hiladoras se redujo notablemente, indicando excelente supresión de las incrustaciones de dichas piezas. Esto se confirmó por el subsiguiente examen microscópico de las mismas.

15 -20 Puede verse que el uso de pequeñas cantidades de condensados de óxido de etileno y amine terciaria ali-



12

0

195760

fática de cadena larga, con arreglo a este invento, ofrece varias ventajas importantes en la fabricación de rayón de viscosa. Por tanto este invento no se ha de limitar en ninguna forma salvo por la finalidad definida en las reivindicaciones siguientes.

Este solicitud que corresponde a la presentada en EE. UU., bajo el número 140.149, el 23 de Enero de 1950, se recoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

- N O T A -

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:

12- Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de un condensado de óxido alquilénico y amina terciaria alifática de



195760.

cadena larga, formado por la reacción de una amina primaria alifática de cadena larga con un óxido de alquileno, con lo cual se impiden la lechosis en los filamentos y la incrustación de los orificios.

5 2º. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa, en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares, que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de una pequeña cantidad de un condensado de óxido alquilénico y amina terciaria alifática de cadena larga, formado por la reacción de una amina primaria alifática de cadena larga con un óxido alquilénico, con lo cual se impiden la lechosis de los filamentos y la incrustación de los orificios.

10

15 3º. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar filamentos de viscosa en presencia de 0.12% a 0.24%, a base del peso de la celulosa, de un condensado de óxido de alquilénico y amina terciaria alifática de cadena larga, formado por la reacción de una amina primaria alifática de cadena larga con un óxido alquilénico, con lo cual se impiden la lechosis en los filamentos y la incrustación de los orificios.

20

25

4º. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido,

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



1950

195760

para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de un condensado de óxido etilénico y una amina terciaria alifática de cadena larga, formado por la reacción de una amina primaria alifática de cadena larga con óxido etilénico, con lo cual se impiden la lechosis en los filamentos y la incrustación de los orificios.

5º. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de una pequeña cantidad de un condensado de óxido etilénico y una amina terciaria alifática de cadena larga, formado por la reacción de una amina primaria alifática de cadena larga con óxido etilénico, con lo cual se impiden las lechosis en los filamentos y la incrustación de los orificios.

6º. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa, en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño ácido de hilatura para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de 0.12% a 0.24%, a base del peso de la celulosa, de un condensado de óxido etilénico y amina terciaria alifática de cadena larga, formado por la reacción de una amina primaria alifática de cadena larga con óxido etilénico, con lo cual se impiden la lechosis en los filamentos y la incrustación de los orificios.



195760

7°. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de orificios diminutos en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares; que comprende añadir una pequeña cantidad de un condensado de óxido etilénico y amina terciaria alifática de cadena larga, a la solución de viscosa, e hilar ésta en filamentos con lo cual se impiden la lechosidad de los filamentos y la incrustación de los orificios.

8°. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño ácido de hilatura para formar de ella filamentos y similares; que comprende añadir 0.12% a 0.24%, a base del peso de la celulosa, de un condensado de óxido etilénico y amina terciaria alifática de cadena larga a la solución de viscosa e hilar ésta en filamentos, con lo cual se impiden la lechosidad de los filamentos y la incrustación de los orificios.

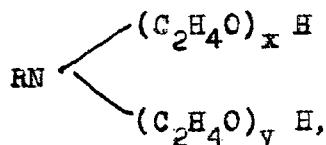
9°. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de un condensado de óxido etilénico y amina terciaria alifática de cadena larga, formado por la reacción de una amina primaria alifática de cadena larga con unas 15 moles de óxido etilénico, con lo cual se impiden la lechosidad de los filamentos y la incrustación de los orificios.



1950

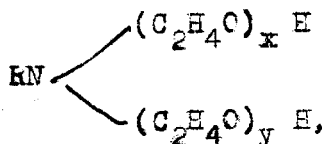
195760

10%. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de una combinación activa catiónica estable y soluble de la siguiente fórmula:



en la cual R representa una cadena alifática que tiene por lo menos 8 átomos de carbono y $x + y$ iguala al número total de moles de óxido etilénico, por lo menos 5, fortuitamente separadas en dos cadenas para formar la amina terciaria, con lo cual se impiden la lechosis de los filamentos y la incrustación de los orificios.

15 11%. - Un procedimiento de fabricar hilo de viscosa en el cual una solución de viscosa se expulsa al través de diminutos orificios en un baño de hilatura ácido para formar de ella filamentos y similares; que comprende hilar los filamentos de viscosa en presencia de una combinación activa catiónica estable y soluble de la siguiente fórmula;



20 en la cual R representa una cadena alifática que tiene por lo menos 8 átomos de carbono y $x + y$ iguala a unas 15 moles



195760

1950

de óxido etilénico, fortuitamente separadas en dos cadenas para formar la amina terciaria, con lo cual se impiden la lechocidad en los filamentos y la incrustación de los orificios.

12º. - Un procedimiento para la fabricación de rayón 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 trece hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 12 DIC. 1950

P.A.

Alberto de Eizaburu

Por Poder