

223 664

P. 13.548  
R 211/21.900

223664

26



223664

26 OCT. 1955

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

2º CERTIFICADO DE ADICION

en

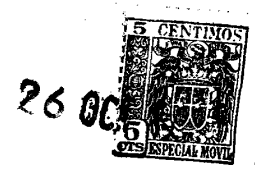
ESPAÑA

a nombre de N.V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH,  
entidad holandesa, establecida en Velperweg 76, Arnhem,  
Holanda, por:

"UNA MEJORA INTRODUCIDA EN EL OBJETO DE LA PATENTE  
PRINCIPAL" número 223.478, solicitada el 12 de Agosto  
de 1955, por: Mejoras introducidas en el procedimiento  
para la fabricación de fibras, hilos, hojas, películas  
y productos similares".

-o-

En la solicitud de Patente española Nº 223.478  
se describe un procedimiento para la fabricación de fi-  
bras, hilos, hojas, películas y productos similares  
hilando viscosa en baños de hilatura ácidos, preferi-



26 00

223664

5 blemente baños de hilatura que contienen ácido sulfúrico, en cuyo procedimiento se usa una viscosa que contiene sustancias orgánicas que son solubles en viscosa y que forman con el cinc del producto de hilatura quelatos de cinc temporalmente estables, dicha viscosa es hilada en un baño de hilatura que contiene cinc y los productos recién hilados se estiran.

Como sustancias formadoras de quelatos se mencionan en la Memoria de dicha solicitud las siguientes:

10 a) Derivados de tiazol, por ejemplo, mercaptobenzotiazol.

b) Derivados de imidazol, por ejemplo, mercaptobencimidazol.

15 c) Poliaminas, por ejemplo etilen diamina, hexametilen diamina, dietilen triamina.

20 b) Ácidos orgánicos ditiocarbanicos y sus sales de metal alcalino, especialmente las sales sodicas, por ejemplo, ciclohexil-ditiocarbamato sodico, fenilditiocarbamato sodico y ácido sodio-morfolil-N-ditiocarboxilico.

e) Ácidos orgánicos poliditiocarbámicos y sus sales de metal alcalino, especialmente las sales sodicas por ejemplo, etilen-bis-ditiocarbamato sodico.

25 f) Ácidos orgánicos xánticos y sus sales de metal alcalino, especialmente las sales sodicas, por ejemplo, n-amil-xantato sódico.



223664

Por medio de dicho procedimiento se obtienen productos que muestran tambien en el interior una estructura que solamente se observa en la superficie, es decir, en la pelicula, de hilos fabricados en la forma usual. Dicha estructura pelicular que se extiende en toda la seccion transversal del hilo está conjugada con propiedades fisicas en extremo favorables del producto, tal como alta resistencia a la rotura, gran resistencia en doble bucle, gran resistencia a la abrasión, mientras que el poder de hinchazón en agua es pequeño. La resistencia en estado húmedo es generalmente muy alta en relación a la resistencia en seco.

Un inconveniente del procedimiento arriba descrito, sin embargo, es que la hilatura de viscosas a las cuales se han añadido sustancias formadoras de me-  
tatos no puede tener lugar con las velocidades de que son posibles con las viscosas no mezcladas. Con estas ultimas velocidades, ocurre una rotura del hilo demasiado frecuente para una aplicación económica, o incluso es imposible la hilatura.

De acuerdo con el invento se ha encontrado que resulta posible un aumento en las velocidades de hilatura si el proceso de hilatura se realiza en presencia de sustancias de actividad superficial. Dichas sustancias de actividad superficial pueden añadirse a la viscosa o al baño de hilatura o a ambos. Pueden ser de actividad aniónica, de actividad catiónica, o no ionogénicas.



223664

Como ejemplos de las sustancias de actividad superficial pueden mencionarse: aceite de pralstabit, cloruro de lauril trietil amonio y el derivado de oxido de polietileno que se encuentra en el mercado bajo la Marca Húls y 1011 T, cuyas sustancias se añaden a la viscosa en proporciones de 0,2 - 0,6 0,2 - 0,75 y 0,1- 1% en peso, respectivamente, referidas a la celulosa de la viscosa, y cloruro de lauril piridinio, añadiéndose este ultimo en proporciones de 20-100 mgr/Kg, de baño de hilatura a dicho baño de hilatura.

El invento se seguirá explicando mediante cierto número de realizaciones del procedimiento de acuerdo con el invento. En los ejemplos, las composiciones de la solución de hilatura y de los baños se expresa en porcentaje en peso.

Ejemplo 1º

Una viscosa con un contenido de celulosa de 8,4% y un contenido de alcali de 4,8% preparada por xantación con 33% de  $CS_2$ , referido a la celulosa, contenia 0,15% de mercapto-benzotiazol y 0,04% de un derivado de oxido de polietileno vendido en el mercado bajo la marca Húls V 1011 T (referidas ambas sustancias a la viscosa). Dicha viscosa se hiló con una relación de xantato de 0,50, una viscosidad de 35seg. (ensayo de caída de bola) y una madurez de 12º Hottenroth y el baño de hilatura contenia 4% de ácido sulfúrico, 18% de sulfato de sodio, 4% de sulfato de cinc y el resto, agua. La temperatura



223664

de dicho baño fué de 50°C y el estiraje en inmersión ascendió a 40 cm. Después de un estiraje de 75%, la velocidad final de retirada ascendió a 60m/min; mientras que en ausencia del derivado de óxido de polietileno ocurrieron dificultades a velocidades superiores a 40 m/min.

El hilo obtenido consistía en 200 filamentos con un título total de 400 deniers, tenía una buena estructura pelicular y una capacidad de hinchazón de 70% aproximadamente. Las propiedades mecánicas fueron como sigue: resistencia en seco, 3 grs/den, alargamiento en seco 25%, resistencia en húmedo, 1,7 grs/den, y a alargamiento en húmedo, 35%.

Ejemplo II

Una viscosa con un contenido de celulosa de 7,7% un contenido de alcali de 5,5% y preparada por xantación con 36% de CS<sub>2</sub>, referido a la celulosa, contenía 0,05% de etilen-bis-ditiocarbamato sódico y 0,05% de aceite praestabit, referidos a la viscosa. Dicha viscosa se hiló con una relación de xantato de 0,52, una viscosidad de 57 seg. (ensayo de caída de bola) y una madurez de 19,5<sup>o</sup> Hottenrorrh usando el método de dos baños. Como baño de coagulación se usó una solución acuosa que contenía 5% de ácido sulfúrico, 17,8% de sulfato sódico, y 3,8% de sulfato de cinc, al paso que como segundo baño se aplicó una solución al 2% de ácido sulfúrico. Las temperaturas del primer



223664

y segundo baños fueron de 60 y 90°C, respectivamente. La longitud de inmersión en el primer baño ascendió a 50 cm. El estiraje ascendió a 100% y la velocidad final de retirada ascendió a 70 m/min. Sin el uso de  
5 aceite praestabit, se encontraron dificultades en la hilatura con velocidades superiores a 60 m/min. Los hilos obtenidos consistían en 1.000 filamentos, cada uno con un título de 1,84 den.

, Los hilos mostraron una buena estructura pe-  
10 licular y las propiedades favorables inherentes a ella, tales como pequeña capacidad de hinchazón y una gran resistencia a la abrasión. La resistencia en seco ascendió a 4 grs/ den. y el alargamiento en seco a 23%. En estado húmedo, dichos valores fueron de 3 grs/ den.  
15 y 30% respectivamente.

### Ejemplo III

A una viscosa con un contenido de celulosa de 7,3%, un contenido de álcali de 6,8%, cuya viscosa se preparó con el uso de 36% de CS<sub>2</sub>, se añadió 0,05% en  
20 peso de dipropilen diamina, después de lo cual la viscosa se hiló con una relación de xantato de 0,48, una madurez de 22° Hottenroth y una viscosidad de 60 ag. (ensayo de caída de bola) en un baño acuoso que contenía 8% de ácido sulfúrico, 19% de sulfato sódico, 6%  
25 de sulfato de cinc y 0,005% de cloruro de lauril piridinio y con una temperatura de 70°C. La longitud de inmersión ascendió a 120 cm. El segundo baño consistía



223664

en una solución obtenida diluyendo el citado baño de hilatura en una solución obtenida diluyendo el citado baño de hilatura hasta que la concentración de ácido sulfúrico ascendió a 1,5%. El estiraje fué de 100% y la velocidad final de retirada, de 75 m/min. Sin la adición de una sustancia de actividad superficial al baño de hilatura, dicha velocidad no pudo aumentarse a más de 55 m/min.

Los hilos obtenidos, que consistían en 660 filamentos con un título total de 1150 den, mostraron una estructura pelicular con las favorables propiedades físicas inherentes a ella, tales como una capacidad de hinchazón de 70% y una buena resistencia a la abrasión. Las resistencias en estado seco y húmedo fueron de 3,8 y 2,7 grs/den; respectivamente, con un alargamiento de 22 y 29%, respectivamente.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 19 de Febrero de 1955 bajo el número 194.974, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

-o-o-o-o-o-o-o-o-



223664

- N O T A -

10 Los puntos de invención propia y nueva que se  
presentan para que sean objeto de este certificado de  
Adición en España, son las siguientes:

15 1.- Una mejora introducida en el objeto de la  
Patente principal, o sea en un procedimiento para la  
fabricación de fibras, hilo, hojas, películas y produc-  
tos similares por hilatura de viscosas en baños ácidos  
de hilatura, preferiblemente baños de hilatura que con-  
tienen ácido sulfúrico, en cuyo procedimiento se usa  
una viscosa que contiene sustancias orgánicas que son  
20 solubles en viscosa y que forman con el cinc del pro-  
ducto de hilatura quelatos de cinc temporalmente esta-  
bles, dicha viscosa se hilada en un baño de hilatura  
que contiene cinc y los productos recién hilados son  
estirados, caracterizada porque la viscosa se hila en  
25 presencia de una sustancia con actividad superficial.

2.- Mejoras introducidas en el objeto de la  
Patente Principal nº 223.478.

26 OCT 1955



223664

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

La presente Memoria consta de ocho hojas y la presente, escritas por una sola cara.

Madrid, 26 OCT. 1955

P. A.  
Alberto de Euzaburu  
Por Poderes

