

223882



223882

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento de fabricación de hilados de celulosa regenerada de elevada tenacidad" - - - - -

a favor de: TEXTILE AND CHEMICAL RESEARCH COMPANY LIMITED,
de nacionalidad británica, domiciliada en: 6, Court Row,
SAINT PETERPORT (Guernsey, Gran Bretaña).

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se han consagrado numerosos estudios, en la industria de los textiles artificiales de celulosa regenerada, para la mejora de las características de los hilos, especialmente para la obtención de hilos que posean una tenacidad muy elevada, asociada a un estirado suficiente, juntamente con una tenacidad elevada al mojado y con un hinchamiento bajo en el agua. El desarrollo del empleo de los hilos de celulosa regenerada en la industria de los neumáticos ha estimulado considerablemente las búsquedas en este sentido.

Los estudios desde luego se han referido al estiraje de los hilos durante la fabricación, y este estiraje ha sido con-

223882



- 2 -

5 sideado durante largo tiempo como el único factor importante, mientras que los factores químicos eran abandonados. Sin embargo, en estos últimos años se ha observado que los fenómenos químicos que tienen lugar en la preparación de la viscosa y en su hilatura merecían ser vueltos a examinar completamente.

10 Se había ya comprobado que los filamentos de celulosa regenerada eran más o menos heterogéneos y poseían una piel que tenía una estructura distinta del núcleo o del corazón, y estas diferencias de estructura, igual que sus repercusiones sobre las propiedades de los hilos, han sido objeto de un cierto número de estudios más o menos recientes.

15 Ahora bien, el espesor de esta piel depende esencialmente de las condiciones químicas de hilatura, es curioso comprobar que hasta estos últimos tiempos se han efectuado relativamente pocos trabajos para aclarar estas condiciones.

20 Se ha observado que el espesor de la piel tiene una influencia importante sobre las propiedades de los hilados, y partiendo de este hecho se han efectuado pesquisas para modificar el espesor.

25 Así, la adición de tritocarbonato a la viscosa ha permitido hilar viscosas muy poco maduras y obtener hilados que tienen una piel sensiblemente más espesa y que, por otra parte, se caracterizan, por un hinchamiento más débil y por unas características mejoradas. Ciertos tio-carbonatos tienen el mismo efecto.

 La adición de pequeñas cantidades de aminas acuosolubles o de ciertos compuestos contenedores de nitrógeno cua-

223382

2



- 3 -

ternario hace disminuir igualmente el hinchamiento de los hilados obtenidos; al mismo tiempo, la forma de las hebras es sensiblemente modificada y las características serimétricas, principalmente la tenacidad y la energía de rotura de los hilos, son sensiblemente mejoradas. Según otro procedimiento conocido, se añade urea a la viscosa, y se obtienen resultados análogos. Se subraya principalmente la mejora de la energía de rotura que es definida como el producto de la tenacidad y del estirado de rotura, y también la disminución de la rigidez media de las hebras.

Igualmente, según un procedimiento reciente, la adición de mono o de dieteres de etanol permite obtener hilos de estructura y de características mejoradas, conjuntamente con una disminución del hinchamiento primario del hilo.

Conviene también recordar que la adición de ciertas sales de metales divalentes y polivalentes a los baños de hilatura del tipo Müller permite aumentar el estiraje con vistas a fortalecer los hilos, sin que el alargamiento de rotura sea tocado; en consecuencia, la energía de rotura es aumentada.

El procedimiento según la presente invención tiene por objeto la obtención de hilos de celulosa regenerada que tienen una piel más espesa, una hinchazón menor y características mejoradas. La invención consiste en la adición a la viscosa de pequeñas cantidades de ciertos productos distintos a los descritos anteriormente.

La invención consiste esencialmente en la adición a la viscosa o a sus ingredientes de productos orgánicos no nitrogenados que contengan azufre, y más particularmente en el em-

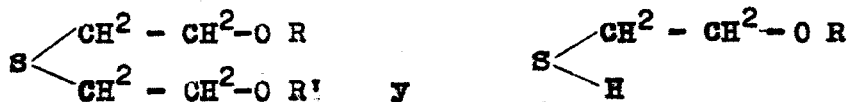
223882

2 SE



- 4 -

pleo con este objeto de derivados del tioglicol o de tiodi-
glicol, de la fórmula general siguiente:



5 en la que R y R' pueden ser, ya sea H ya sean radicales al-
quílicos o arílicos, con preferencia de poco peso molecular.

Los productos se añaden a la viscosa en un momento cual-
quiera de su preparación, a razón de 0.2 a 10 gramos por 100
gramos de alfacelulosa.

10 En estas condiciones se obtienen por hilatura en baños
tipo Müller unos hilos que tienen principalmente las propie-
dades citadas en relación con los hilos obtenidos en ausen-
cia de los expresados productos.

15 1º Hinchamiento secundario disminuido del 10 al 20 por 100,
siendo el hinchamiento primario (después de un sencillo lava-
do del hilo ácido) muy próximo del hinchamiento secundario
(hinchamiento después de secado de acabado u otro).

2º Cortes más lisos, menos rizados.

3º Piel más espesa.

20 4º Mejora de por lo menos un 10 por 100 de la tenacidad
sin disminución del alargamiento de rotura, y en consecuencia
aumento del 10 por 100 por lo menos de la energía de rotura,
resultante del producto de la tenacidad por el alargamiento
de rotura.

25 5º Aumento de la tenacidad en estado mojado.

Se ha comprobado que es ventajoso emplear, en la hilatu-
ra de las viscosas con adiciones del tipo descrito, trayectos

228882

2



- 5 -

largos en el baño y con preferencia de más de 6 metros. Los
medios mecánicos para asegurar tales trayectos son conocidos,
y pueden consistir en el empleo de rodillos de reenvío, o de
cilindros en pisos y que permiten dar al mismo tiempo el es-
5 tiraje requerido, que debe ser con preferencia lo más progre-
sivo posible. Hay interés en hilar la viscosa con una madura-
ción lo más escasa posible, es decir con un índice de sal > 7,
con preferencia de 10 a 15 (f de 48 a 65).

No es indispensable que el hilo esté inmerso en un baño
10 durante todo este trayecto de fijación, y se pueden emplear
dispositivos en los que el hilo salga y entre en el baño va-
rias veces.

Se puede igualmente aumentar el estiraje durante el paso
por un segundo baño de un líquido acuoso caliente o por un tu-
15 bo u otro elemento lleno de vapor de agua.

Con preferencia, se emplean baños de fijación relativamen-
te ricos en sales de metales di- o polivalentes, que contengan
por ejemplo por lo menos 30 gramos de sulfato de cinc por li-
tro o cantidades correspondientes de sulfato de hierro o de
20 níquel.

La invención se comprenderá más fácilmente con ayuda de
los ejemplos de realización que siguen, pero es evidente que
no se limita en modo alguno a estos ejemplos, sino que se ex-
tiende igualmente a toda variante dentro del mismo espíritu.

25

E J E M P L O 1

Una pasta celulósica con el 96 por 100 de α -celulosa es
mercerizada con sosa al 18 por 100 a 21 grados centígrados du-

2 2 3 3 8 2

2



- 6 -

rante 45 minutos, y luego es prensada al valor de 2'8 en relación con la α -celulosa. La alcalicelulosa es madurada de modo que quede asegurada en ella una viscosidad de 60 - 80 poises de la viscosa en disposición de ser hilada. La alcalicelulosa es sulfocarbonatada con un 38 por 100 de sulfuro de carbono, a 25 grados centígrados, y luego disuelta de modo que se produzca una viscosa que contenga un 7 por 100 de celulosa y un 6 por 100 de sosa, que es filtrada y desgasada del modo habitual.

10 Se añaden a la sosa de disolución 2 gramos de tiodiglicol por cada 100 gramos de alfacelulosa seca.

15 La viscosa obtenida se hila a un punto de sal de 9 en un baño que contiene, por litro, 110 gramos de ácido sulfúrico, 250 gramos de sulfato de sodio y 30 gramos de sulfato de cinc, a una temperatura de 55 grados centígrados, utilizando una hilera de 200 orificios, y regulándose el suministro de la viscosa para dar un título final de 400 dineros.

20 El hilado experimenta un estiraje progresivo hasta del 70 por 100 sobre una serie de cilindros, y después es arrollado en un bote giratorio, para ser sometido a continuación a los tratamientos habituales.

E J E M P L O 2

25 Se prepara una viscosa de un modo similar al del procedimiento del ejemplo precedente, pero se han añadido a la misma 6 gramos de tiodiglicol por 100 gramos de alfacelulosa. La viscosa es hilada a un punto de sal de 12'5 en un baño que contiene, por litro 110 gramos de ácido sulfúrico, 350 gramos de sulfato de sodio y 70 gramos de sulfato de cinc, a una tempera-

223382



tura de 55 grados centígrados, y con un estiraje del 30 por 100 sobre cilindros, siendo la hilera también de 200 orificios.

El hilado, al salir de este baño, es introducido en un trecho de un metro a otro baño que contiene 10 gramos por litro de ácido sulfúrico y que se halla a una temperatura de 90 a 98 grados centígrados, y es estirado de nuevo un 50 por 100, dando un estiraje total del 95 por 100, siendo el suministro de la viscosa por la hilera de nuevo regulado de modo que se asegure un título final de 400 dineros.

El hilo es arrollado en bote giratorio, y luego tratado como de costumbre.

Los hilos de 400 dineros obtenidos en los dos casos se han considerado al 65 por 100 de humedad relativa, a 20 grados centígrados, y han sido comparados con hilos patrones obtenidos en las mismas condiciones, sin adición de productos especiales a la viscosa. Las características serimétricas y los hinchamientos están consignados en la tabla siguiente:

CARACTERISTICAS DE LOS HILOS:

Cantidad de producto añadido en gramos por 100 gramos de alfa	En seco		En mojado		ENERGIA DE ROTURA	HINCHAMIENTOS	
	gr/den	Alarg. %	gr/den	Alarg. %		Priorio	Secundario
Estiraje en el baño de coagulación: 0	2,96	26,5	2,00	34,5	78,4	100	91
Estiraje suplementario en baño a 90º: 2 (Ej.1)	3,40	26,1	2,48	36,7	88,0	76	74
Estiraje suplementario en baño a 90º: 0	3,20	20,9	2,30	27,4	67,	88	84
Estiraje suplementario en baño a 90º: 6 (Ej.2)	3,70	20,8	2,70	26,7	77,0	72	71

228882



- 8 -

El diseño adjunto muestra los cortes obtenidos por coloración diferencial con azul Victoria.

Es de notar que el hilo obtenido en el ejemplo 1 presenta una estructura muy distinta de la del hilo patrón, siendo ya más importante la proporción de piel con relación a la sección total.

El hilo obtenido en el ejemplo 2 tiene la misma estructura en forma de habichuela muy característica, y está constituido en su casi totalidad por la estructura compacta caracterizado por el efecto de piel.

Los hilados obtenidos por el procedimiento descrito se prestan particularmente bien a la fabricación de cableados para el refuerzo de neumáticos, que quedan destacados por una tenacidad a la rotura más elevada y por una resistencia mejorada a las sollicitaciones dinámicas repetidas.

El hilo obtenido en el ejemplo 2 se somete, en estado húmedo, a un estiraje entre rodillos del 8'5 por 100, y después es secado sin apremio. El hilo obtenido se emplea para la fabricación de un cableado con unión de 9 elementos de 400 dineros. El patrón que ha experimentado el mismo tratamiento de estiraje es igualmente transformado en cableado.

Las características de los cableados son las siguientes:

	Título	Carga rotura en seco	Alargam. rotura absoluto	Rotura por vibraciones
Cableado patrón	3.620	11 Kg. 6	15 %	2.800
Cableado hilo Ej. 2	3.660	12 Kg. 5	15,2 %	12.500

223882

2 S



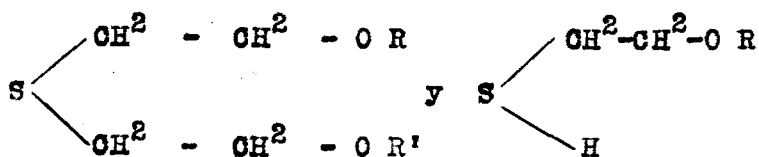
-9-

Asimismo, las fibras poseen propiedades destacadas de resistencia al lavado repetido, y se prestan excelentemente a la fabricación de fibranas. Se hilan con este fin grandes haces, que luego son cortados.

N O T A

5 Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

1.- Un procedimiento de fabricación de hilados de celulosa regenerada de elevada tenacidad, para hilatura en
 10 baños tipo Müller con hinchamiento reducido y que tengan hebras de piel más acentuada, esencialmente caracterizado por el hecho de la incorporación a la viscosa, o a sus ingredientes, de pequeñas cantidades de productos no nitrogenados que contengan azufre, y principalmente por la incorporación en
 15 la viscosa, o a sus ingredientes, de derivados de tioglicol o de tiodiglicol, de la fórmula general siguiente:



en la que R y R' son átomos de hidrogeno, o eventualmente radicales alquílicos o arílicos, con preferencia de poco peso molecular.

20 2.- Un procedimiento de fabricación de hilados de celulosa regenerada de elevada tenacidad, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que se incorporan

2 2 3 3 8 2



- 10 -

0'2 a 10 gramos de los productos por 100 gramos de alfacelulosa.

3.- Un procedimiento de fabricación de hilados de celulosa regenerada de elevada tenacidad, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que se hila en baños que contengan sales de metales disolventes o polivalentes y especialmente por lo menos 30 gramos de sulfato de cinc por litro.

4.- Un procedimiento de fabricación de hilados de celulosa regenerada de elevada tenacidad, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el trayecto en el baño, realizado ya sea por inmersión constante, ya sea por retorno en el propio baño, es largo y con preferencia por encima de 6 metros.

5.- Un procedimiento de fabricación de hilados de celulosa regenerada de elevada tenacidad, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que se puede hacer un segundo estiraje por paso por un baño acuoso caliente, o por un medio de vapor de agua.

6.- "Un procedimiento de fabricación de hilados de celulosa regenerada de elevada tenacidad".

Consta

223882 2



- 11 -

Consta la presente memoria de once hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 2 de Septiembre de 1955.

P. p. de: TEXTILE AND CHEMICAL RESEARCH COMPANY LIMITED,

223882



FIG.1

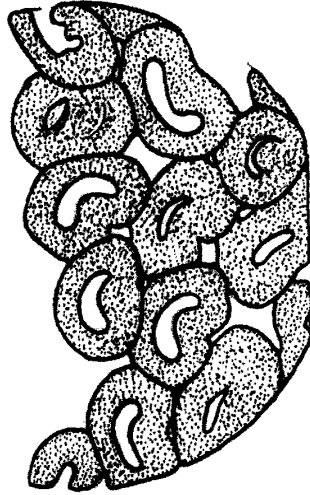
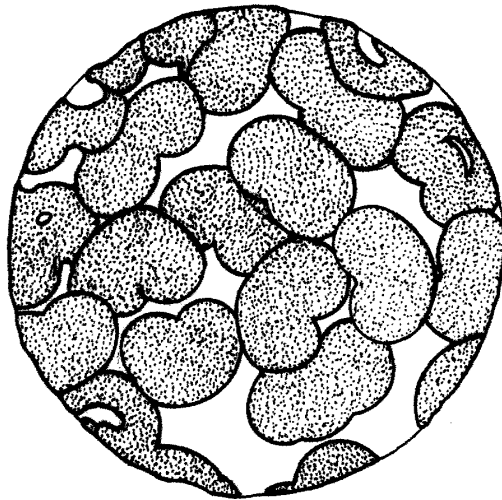


FIG.2



ESCALA VARIABLE
Barcelona, 1955