



- 8

PATENTE DE INVENCION

Br. 13,306/55. Ctás.

228348

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la fabricación de filamentos de celulosa regenerada".

=====

Solicitantes : COURTAULDS, LIMITED, entidad inglesa,
residente en 16, St. Martin's-le-Grand,
Londres, Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a la producción de filamentos, hebras, hilos, fibras y similares, partiendo de la viscosa.

- La memoria de la patente del Reino Unido nº
5. 541.099 describe un procedimiento para la producción de filamentos, en el que la viscosa se expulsa al interior de una solución coagulante acuosa de ácido sulfúrico y que contiene por lo menos una sal metálica en presencia de un compuesto no-ionogénico, soluble en agua, susceptible
 10. de obtenerse por la acción de un óxido de alqueno sobre



228348

- un monohidroxi-compuesto que contiene, por lo menos, 8 átomos de carbono en una cadena. El compuesto no-ionogénico puede añadirse a la viscosa o al baño coagulante. El compuesto impide el atasco de los orificios de la hilera. La memoria de la Patente Norteamericana nº 2.359.750 describe la producción de filamentos de celulosa regenerada, partiendo de una solución de filatura de viscosa que contiene una pequeña cantidad de un compuesto orgánico, de superficie activa y no-ionogénico, que contenga un grupo acuo-repelente y que comprende una cadena hidrocarburada de, por lo menos, 8 átomos de carbono, escogido del grupo constituido por éteres, esterres o acetales de un glicol polietilénico, que contenga por lo menos 8 grupos oxietileno por molécula. El compuesto impide la obstrucción de los orificios de la hilera. Para impedir esta obstrucción de los orificios de la hilera, bastan pequeñas cantidades solamente del producto de condensación del óxido de polietileno.
- Los filamentos de celulosa regenerada producidos por estos procedimientos, serán de la estructura normal, o sea tendrán una envoltura y un núcleo. Estos filamentos presentan una diferencia, en la afinidad para los tintes y en la hinchazón, entre la envoltura y el núcleo y se cree que las moléculas de celulosa de la envoltura están orientadas en mayor grado que las del núcleo, y que la resistencia de los filamentos, se encuentra especialmente en la envoltura. Es bien sabido que los filamentos de viscosa industrial tal como se emplean en la fabricación de cubiertas neumáticas tienen una envoltura más gruesa que los filamentos textiles corrientes. Cuando estos
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- 35.
- 40.



228348

juntos
filamentos industriales se tuercen y doblan/para formar un cordón, se presenta alguna pérdida de resistencia.

45. El objeto de este invento es producir filamentos de celulosa regenerada con una envoltura gruesa, una superficie no-estriada, una tenacidad o carga máxima elevada en húmedo, y susceptibles de torcerse y doblarse para proporcionar un cordón de buenas propiedades tensiles.

50. Se ha comprobado que los filamentos de celulosa regenerada dotados de una envoltura gruesa, una superficie no-estriada, susceptibles de admitir una elevada carga máxima en estado húmedo y capaces de torcerse y doblarse para proporcionar un cordón de buenas propiedades tensiles, pueden producirse hilando viscosa que contenga productos de condensación de óxido de etileno con ácidos alifáticos

55. y este invento, en su forma preferida, comprende el uso de estas substancias, pero se extiende también al empleo de los productos de condensación de óxido de etileno con amidas, alcoholes y aldehidos alifáticos más difíciles de obtener que los ácidos alifáticos.

60. De acuerdo con este invento, por tanto, un procedimiento para la producción de filamentos de celulosa regenerada, comprende el añadir/^ala viscosa de 0,5 a 10%, en peso, con respecto al peso de la celulosa, de un compuesto soluble en agua que tenga un peso molecular

65. medio comprendido entre 300 y 10,000 susceptible de obtenerse por la acción del óxido de etileno sobre un ácido, una amida, un alcohol o un aldehido alifáticos, y el expulsar la viscosa a un punto de sal comprendido

70. entre 5 y 18, al interior de un baño ácido acuoso que contenga ácido sulfúrico en una proporción de 0,8 a 1,5



228348

veces el porcentaje de sosa cáustica en la viscosa, y de 3 a 20% de sulfato de zinc, para formar filamentos.

75. Este invento se refiere también a la viscosa que contenga de 0,5 a 10%, en peso, con respecto al peso de la celulosa, de un compuesto soluble en agua que tenga un peso molecular medio comprendido entre 300 y 10.000, susceptible de obtenerse por la acción del óxido de etileno sobre un ácido, una amida, un alcohol o un aldehído alifáticos.

80. Este invento comprende también los filamentos de celulosa regenerada modificados, con una envoltura gruesa, una superficie no-estriada, una gran tenacidad o capacidad de admitir una carga máxima elevada en húmedo, y que proporcionan un cordón de buenas propiedades tensiles, cuando se obtienen por el procedimiento de este invento.

85. El producto de condensación del óxido de polietileno, contendrá por lo menos 7 mols de óxido de etileno (C_2H_4O) por mol del ácido, amida, alcohol o aldehído, aunque se prefieren los productos de condensación con 24 a 72 mols de óxido de etileno. El ácido, la amida, el

90. alcohol o el aldehído empleados como material de partida, pueden tener una cadena de carbono de cualquier longitud deseada; si tiene más de 8 átomos de carbono el producto de condensación del óxido de etileno tenderá a ser de

95. superficie activa.

Además de la envoltura gruesa y de la superficie no-estriada, los filamentos pueden tener una sección transversal en forma de alubia, y una zona poco definida o difusa entre la envoltura y el núcleo. En algunos casos,

100. el núcleo puede ser muy pequeño o no existir. El procedi-



348

miento de este invento tiende también a reducir la absorción de agua.

105. El procedimiento de este invento permite la filatura de las viscosas no maduradas, o llamadas "verdes". Al hilar de acuerdo con el procedimiento de este invento, aumenta de modo apreciable la concentración de celulosa en los filamentos de rayón recién hilados.

110. Las ventajas del procedimiento se aprovechan en el máximo grado cuando se emplea en combinación con el procedimiento llamado de "tensión en caliente" en el que los filamentos recién hilados se someten al tensado mientras circulan a través de un baño de ácido diluido y caliente, tal como se describe en la Patente Británica nº 467.600.

115. En vista del gran número de variables en las condiciones de filatura, puede ser necesario realizar ensayos para determinar las mejores condiciones con objeto de obtener un hilo con las mejores propiedades. Por ejemplo, el grado de concentración del producto de condensación de

120. óxido de polietileno que puede utilizarse con buen resultado, es bastante amplio. El límite inferior de concentración está perfectamente definido, ya que por debajo de una concentración de 0,5% con respecto al peso de la celulosa en la viscosa, se obtiene una mejora muy pequeña de su

125. empleo. El límite superior, no está definido con tanta exactitud, ni facilidad. La concentración preferida de producto de condensación de óxido de polietileno para producir hebras por el procedimiento de tensión en caliente, es de 1 a 4%, y si se emplea un exceso, no tiene

130. efecto ulterior, o éste es muy pequeño. Al hilar hebras



228348

135. y fibras cortas de rayón de denier elevado por filamento, de acuerdo con el procedimiento de este invento, se precisan concentraciones más elevadas de modificadores del producto de condensación del óxido de polietileno, para obtener una sección transversal lisa y no-estriada. En el caso de 15 denier por filamento, puede precisarse el 5% o más de modificador del producto de condensación del óxido de polietileno.

140. Cuando se emplean los productos de condensación del óxido de polietileno de peso molecular reducido, es generalmente conveniente emplear una concentración algo más elevada que en el caso de los que tienen un peso molecular superior a 1.000. Se prefiere usar un producto de condensación de óxido de polietileno de un peso molecular del orden de 1.000 a 3.000. La utilidad de los productos de condensación de óxido de polietileno de la gama de peso molecular superior, está limitada por la solubilidad en el baño coagulante.

150. El verdadero papel desempeñado por el producto de condensación de polietileno en la producción de hilos modificados de celulosa regenerada, no se comprende del todo, pero se considera posible que el producto de condensación se hidrolice para dar un polímero de óxido de etileno que modifica las fibras, y un compuesto inerte que contiene el residuo del ácido, amida, alcohol o aldehído del producto de condensación primitivo. Por esta razón, se prefiere emplear productos de condensación que contengan una proporción preponderante de óxido de etileno. Los productos de condensación de óxido de etileno con los alcoholes, parece que tienen una tendencia a

160.



220348

165. hidrolizarse inferior a la de otros tipos de productos de condensación. Además, los productos de condensación óxido de etileno-alcohol, presentan una solubilidad en el baño de coagulación muy inferior a la de los otros tipos de productos de condensación. Es por tanto de gran importancia el emplear solamente los productos de condensación óxido de etileno-alcohol que contenga una gran proporción de óxido de etileno.

170. El amplio grado de madurez de la viscosa susceptible de emplearse, muestra la capacidad de adaptación del procedimiento pero las tenacidades o capacidades de admisión de elevadas cargas máximas, solo pueden obtenerse en los extremos de la gama citada, en circunstancias especiales. Por ejemplo, las resistencias mejoradas de las hebras solo se obtienen con cifras de sal para la viscosa, próximas a 5, cuando se utilizan viscosas algo diluídas, por ejemplo una viscosa que contenga el 6% de celulosa. Asimismo, las viscosas con una cifra de sal muy elevada solamente dan resultados mejores cuando la cantidad de disulfuro de carbono empleada se mantiene razonablemente baja; en caso contrario, los filamentos tienen tendencia a estallar a causa de la presión interna desarrollada durante la filatura. La cifra de sal preferida para la buena calidad de la hebra está comprendida entre 6 y 16, y para un cordón de buenas propiedades, entre 8 y 13. La experiencia demuestra que las mejores propiedades totales de la hebra y del cordón se obtienen con cifras de sal comprendidas entre 9,5 y 11 cuando se emplean viscosas que contienen de 7 a 7,5% de celulosa.

175.

180.

185.

190.



223348

195. La concentración de sulfato de zinc utilizada, es mucho más taxativa en los niveles inferiores que en los superiores. Se necesita por lo menos un 3% para obtener algún beneficio, y las resistencias de la hebra ascienden rápidamente al aumentar la concentración de sulfato de zinc hasta 5%; con menos rapidez hasta el 7% y luego ya solo ligeramente. Pueden obtenerse resistencias más elevadas aún, con concentraciones de sulfato de zinc muy superiores, si se emplea una concentración elevada de producto de condensación de óxido de polietileno, por ejemplo de 2 a 4%.

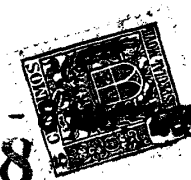
200. La concentración de ácido sulfúrico en el baño coagulante es de considerable importancia, y la mejor concentración depende de los niveles de otras distintas variables del proceso de filatura, tales como la concentración de sosa cáustica y celulosa en la viscosa, la velocidad de filatura y la concentración de sulfato de zinc en el baño coagulante. Una vez fijadas estas otras variables, la concentración precisa puede determinarse por sencillos experimentos. Los niveles inferiores de la gama antes indicada solamente pueden aplicarse a velocidades de filatura muy reducidas, mientras que el límite superior de la gama es únicamente aplicable a grandes velocidades de filatura, con concentraciones elevadas de sulfato de zinc y reducidas de celulosa. En general, para velocidades de filatura de 40 a 50 metros por minuto y 6 a 8% de sulfato de zinc en el baño coagulante, se prefiere usar una concentración de ácido de 1 a 1,1 veces la concentración de sosa cáustica en la viscosa, que con preferencia es del orden de 6 a 8%. El

205.

210.

215.

220.



348

baño coagulante contiene también sulfato sódico, y la concentración total de sulfato en el baño es de 18 a 26%.

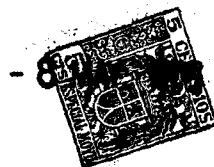
225. Cuando los filamentos se obtienen por una combinación del procedimiento de tensión en caliente y del que constituye el objeto de este invento, para usarlos en la fabricación de artículos combinados de caucho y rayón, por ejemplo cubiertas neumáticas, los cordones obtenidos con los filamentos son de mejor calidad y tienen una duración mayor que los cordones análogos obtenidos sin aplicar el procedimiento a que este invento se refiere.

230. El procedimiento es también aplicable a la fabricación de hebras textiles y a la producción de fibra corta de rayón. Las hebras obtenidas tienen una mayor resistencia al roce y a la suciedad, y son adecuadas para emplearse en la producción de tapicería y alfombras.

235. Este invento se aclara por los ejemplos siguientes, en los que los porcentajes son ponderales.

EJEMPLO 1.

240. Una viscosa que contenía 7% de sosa cáustica, 7,5% de celulosa y 41% de disulfuro de carbono, con respecto al peso de la celulosa alfa, y 1,0% en peso, con respecto al peso de la celulosa, de un compuesto obtenido por condensación de 1 mol de ácido ricinoleico con unas 27 mols de óxido de etileno, se expulsó con una cifra de sal de 11,9 a través de una hilera con 750 orificios de un diámetro de 0,0025" cada uno, al interior de un baño coagulante que contenía 7,7% de ácido sulfúrico, 14,0% de sulfato sódico y 9,4% de sulfato de zinc, a 245. 55°C. La longitud de sumersión de los filamentos en el 250.

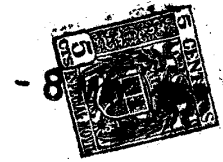


228348

- baño era de 30" y la hebra de 750 filamentos formada, se retiró del baño por un tambor de arrastre, y se hizo pasar a través de un baño ácido acuoso y caliente a 95°C, a un segundo tambor que giraba a mayor velocidad que la del primero, para comunicar un estirado del 87% a los filamentos. El baño ácido acuoso y caliente contenía 3,0% de ácido sulfúrico, 0,8% de sulfato sódico y 0,4% de sulfato de zinc. La hebra tensada tenía una velocidad de 45 metros/minuto. La hebra se trató a continuación con un baño ácido diluido de la misma constitución que el baño ácido acuoso y caliente en el que la hebra se tensó, sin relajación, hasta que la regeneración fué prácticamente completa, y luego se lavó con agua, se trató con un terminado, se secó y se recogió. La hebra tenía un denier de 1.650.

- La sección transversal teñida, del filamento obtenido, mostró que los filamentos tenían una envoltura muy gruesa y una superficie no-estriada. Muchos de los filamentos carecían de núcleo. La hebra tenía las propiedades físicas siguientes:

Carga máxima completamente seca	5,24 g/denier
Extensibilidad completamente seca	8,6%
Carga máxima después de acondicionar a una humedad relativa de 65%	4,47 g/denier
Extensibilidad después de acondicionar a una humedad relativa de 65%	12,9%
Carga máxima en húmedo	3,35 g/denier
Extensibilidad en húmedo	23,4%
Carga de rotura del cordón completamente seco	30,65 libras
Carga máxima del cordón completamente seco	3,66 g/denier
Extensibilidad del cordón completamente seco	13,8%



228348

280. El cordón se obtuvo torciendo hebras con una torsión en S de 12 espiras por pulgada y doblando luego juntas dos de las hebras torcidas, con una torsión en Z de 12 espiras por pulgada. El cordón obtenido era de denier 3.700.

285. Los filamentos hilados en condiciones análogas pero sin el producto de condensación de óxido de etileno, eran generalmente de sección transversal circular, y tenían una superficie estriada, una envoltura mucho más delgada y un núcleo acusado. La hebra era de un denier de 1.650 y tenía las propiedades físicas siguientes:

Carga máxima completamente seca	4,10 g/denier
Extensibilidad completamente seca	6,2%
Carga máxima después de acondicionar a una humedad relativa del 65%	3,78 g/denier
Extensibilidad después de acondicionar a una humedad relativa del 65%	13,0%
Carga máxima en húmedo	2,38 g/denier
Extensibilidad en húmedo	24,4%
Carga de rotura del cordón completamente seco	25,45 libras
Carga máxima del cordón completamente seco	3,07 g/denier
Extensibilidad del cordón completamente seco	11,8%

290. El cordón era de denier 3.760.

EJEMPLO 2.

295. Una viscosa que contenía 5,0% de celulosa, 7,0% de sosa cáustica y 2% en peso, con respecto al peso de la celulosa, de una amida de ácido láurico condensada con 20 mols de óxido de etileno por molécula de amida, se hiló a una cifra de sal de 9,4 al interior de un baño coagulante que contenía 9,5% de ácido sulfúrico, 10,0% de sulfato de zinc y 12,0% de sulfato sódico, a 55°C. La velocidad de filatura era de 25 metros por minuto. El hilo

300. se estiró el 90% mientras pasaba a través de un baño que contenía 3,0% de ácido sulfúrico, 0,8% de sulfato sódico,

- 8 MM

28348



y 0,4% de sulfato de zinc, a 95°C y el hilo se lavó y trató antes de recogerlo. Sus propiedades físicas eran las siguientes:

	Denier	1.646
	Carga máxima completamente seco	5,06 g/denier
	Extensibilidad completamente seco	8,7%
	Carga máxima después de acondicionar a una humedad relativa del 65%	4,65 g/denier
305.	Extensibilidad después de acondicionar a una humedad relativa del 65%	9,9%
	Carga máxima en húmedo	3,43 g/denier
	Extensibilidad en húmedo	27,0%
	Carga de rotura del cordón secado al horno	31,90 libras
	Carga máxima del cordón secado al horno	3,76 g/denier
	Extensibilidad del cordón secado al horno	14,0%

El cordón se preparó torciendo hebras con una torsión en S de 12 espiras por pulgada y luego doblando juntas dos de las hebras torcidas, con una torsión en Z de 12 espiras por pulgada. El cordón obtenido era de un denier de 3850.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde, a una patente presentada en Inglaterra con fecha 9 de mayo de 1955, nº 13,306 acogiendo por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la fabricación de filamentos de celulosa regenerada"; caracterizándose por lo siguiente:



228343

330. 1º.- Procedimiento para la fabricación de filamentos de celulosa regenerada, caracterizado por comprender el añadir a la viscosa de 0,5 a 10% en peso, con respecto al peso de la celulosa, de un compuesto soluble en agua y de un peso molecular medio comprendido entre 300 y 10,000 susceptible de obtenerse por la acción del óxido de etileno sobre un ácido, una amida, un alcohol o un aldehído alifáticos, y el expulsar la viscosa a un punto de sal comprendido entre 5 y 18, al interior de un baño coagulante ácido y acuoso que contenga ácido sulfúrico en un porcentaje de 0,8 a 1,5 veces el porcentaje de sosa cáustica en la viscosa, y de 3 a 20%, de sulfato de zinc, para formar filamentos.

340. 2º.- Procedimiento, para la fabricación de filamentos de celulosa regenerada, caracterizado por comprender el añadir a la viscosa de 0,5 a 10% en peso, con respecto al peso de la celulosa, de un compuesto soluble en agua y de un peso molecular medio comprendido entre 300 y 10,000 susceptible de obtenerse por la acción del óxido de etileno sobre un ácido alifático, y el expulsar la viscosa, a un punto de sal comprendido entre 5 y 18, dentro de un baño coagulante ácido y acuoso que contenga ácido sulfúrico en una proporción de 0,8 a 1,5 veces el porcentaje de sosa cáustica en la viscosa y de 3 a 20% de sulfato de zinc, para obtener filamentos.

355. 3º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª o 2ª, caracterizado porque el producto de condensación de óxido de polietileno tiene un peso molecular medio comprendido entre 1,000 y 3,000.

4º.- Procedimiento, según lo especificado en



- 8 M

22834

cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª caracterizado porque la viscosa tiene un punto de sal comprendido entre 8 y 13.

5ª.- Procedimiento, según lo especificado en
360. cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque los filamentos recién hilados se someten a un estirado o tensión mientras atraviesan un baño de ácido diluido y caliente.

6ª.- Procedimiento, según lo especificado en
365. la reivindicación 5ª, caracterizado porque la viscosa contiene de 1 a 4%, con respecto al peso de la celulosa, del producto de condensación del óxido de polietileno.

7ª.- Procedimiento para la fabricación de
370. filamentos de celulosa regenerada; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 8 de mayo de 1956.

COURTAULDS LIMITED.

J. GÓMEZ ADEBO Y MODEI