



P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S.A. - de nacionalidad española -
 domiciliada en Av. José Antonio Primo de Rivera, nº. 654 -
 BARCELONA,

por:

" Procedimiento para evitar la formación de manchas obs-
 curas y efectos mateantes en los paquetes ácidos de rçon
 viscosa "

====:oOo:====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

La presente patente se refiere al post-tratamiento



de paquetes de rayón viscosa y de una manera particular a un procedimiento para evitar o impedir la formación de manchas oscuras por todo el cuerpo de los paquetes o tortas de rayón y especialmente en su superficie durante su post-tratamiento.

5 Ampliamente, la patente se relaciona con el tratamiento de cualquier tipo de paquete de rayón viscosa recientemente hilado, aunque más particularmente con aquellos tipos de paquetes de bajo grado de permeabilidad.

10 Corrientemente, para lavar y desulfurar los paquetes de rayón recién hilado, los cuales contienen ácido, se fuerzan a través del cuerpo de los mismos líquidos de tratamiento apropiados aplicando una presión a dichos líquidos. El procedimiento general adoptado es lavar los paquetes ácidos con
15 agua a la temperatura ambiente, a vacío o a presión, para separar todo el ácido y sales retenidas del baño de hilar, como resultado del paso del hilo a través del baño ácido de coagulación durante la fase de formación de dicho hilo. A esta fase de lavaje le sigue un rápido lavaje con agua caliente, para separar el sulfuro de carbono, conociéndose dicha operación como fase de desgaseado. Los paquetes se tratan luego
20 con una solución diluida de sulfuro amónico o sulfuro sédico a fin de separar el contenido de azufre, y finalmente se lavan otra vez con agua para separar el líquido desulfurante.

25 Una de las mayores dificultades encontradas en el lavaje y desulfurado de paquetes de rayón viscosa, es debida a la presencia de ciertas impurezas en el hilo ácido, algunas de las cuales son sales de metales pesados. Como estas sales sólo son ligeramente solubles, quedan en el hilo
30 durante los tratamientos líquidos corrientes y precipitan en todos los paquetes durante la operación de desulfurado,



25 ABR 6

5 dando lugar a que el producto acabado tome un color obscuro o gris. Además, una pequeña cantidad de las impurezas sigue la dirección de la corriente de los líquidos de tratamiento, reaccionando con los sulfuros empleados durante la desulfuración y formando manchas oscuras cerca de la superficie de los paquetes. Si el flujo de líquido es desde el exterior al interior del paquete, las manchas oscuras estarán cerca de la superficie interior, mientras que si el líquido circula desde el interior al exterior, en algunos casos quedan 10 manchas oscuras cerca de la superficie exterior del paquete.

15 Efectuando el desulfurado por el procedimiento usual, es necesario quitar cierta cantidad de hilo, p.e. varios centenares de metros del hilo que presenta estas manchas sucias, los cuales sólo se pueden vender como de calidad inferior. Es obvio, que para llevar a cabo esta fase de pre-limpieza se consume tiempo y trabajo y es por ello doblemente costosa en el proceso, porque el hilo de calidad inferior debe venderse a un precio considerablemente inferior al del hilo normal. Por otra parte, aun cuando se supriman del paquete estas espiras interiores o exteriores, el hilo del cuerpo del propio paquete está ligeramente coloreado, o bien no tiene el brillo deseado.

25 Es por tanto objeto de la presente patente evitar o impedir la formación de manchas oscuras en los paquetes de rayón viscosa recién hilado durante su post-tratamiento.

30 Otro objeto de esta patente es proveer un procedimiento para el tratamiento líquido de los paquetes de hilado rayón mediante aplicación de una presión a los líquidos para formar los mismos a través de los paquetes durante el tratamiento líquido, sometiendo los paquetes a la acción de un agente que



haga solubles e inactivas las impurezas perjudiciales, de manera que éstas puedan ser eliminadas antes, durante o después de la desulfuración.

Un objeto adicional de esta patente es el lavaje o desulfurado de paquetes de rayón con soluciones que contienen una sal alcalina de una alquileno diamina alifática y ácidos carboxílicos monobásicos saturados para impedir la formación de sulfuros insolubles de metales pesados.

Otros objetos y ventajas de la presente patente aparecen en la siguiente descripción detallada.

Ha sido comprobado que si durante el post-tratamiento de los paquetes de rayón, se añaden en una de las soluciones de tratamiento ciertos agentes "secuestradores" o "quelatos" se evita la formación de manchas oscuras en todos los paquetes y se reduce sobre todo el color grisáceo en el hilo. Estos agentes son sales alcalinas de una alquil-diamina substituída por ácidos carboxílicos monobásicos saturados y más concretamente las sales alcalinas de una alquil-diamina tetrasubstituída por ácidos carboxílicos monobásicos saturados.

El agente "secuestrador" más conocido de este tipo es la sal sódica de la etileno diamina tetrasubstituída por el ácido acético. Este compuesto lo tienen en venta "Bersworth Chemical Company" bajo la marca registrada de "Verseno" y "Alrose Chemical Company" bajo la marca registrada de "Sequestrene A". La "Alrose Chemical Company" también tiene a la venta un compuesto registrado con el nombre de "Sequestrene NA2" que químicamente es la sal disódica de la etileno-diamina tetra acetato dihidrato, o en otras palabras, el hidrógeno de dos de los grupos carboxílicos ha sido reemplazado por el sodio.



Estos compuestos tienen la propiedad de combinarse molecularmente con metales pesados en dos o más puntos por uniones coordinadas, formando complejos estables y solubles y por ello haciendo efectiva la separación de los metales pesados y sus iones, de la solución. Esta propiedad de "secuestrar" los iones de metales pesados de las soluciones, ha dado lugar a que a dichos compuestos se les conozca con el nombre de agentes "secuestradores". El ión del metal pesado, al cual se le sujeta de esta forma, no sigue en estado iónico y no puede ser precipitado de la solución.

En la práctica del procedimiento de esta patente el compuesto, p.e. la sal sódica de la etil-diamina tetrasubstituida por el ácido acético, se añade en pequeñas cantidades (0,1% o menos, sobre el peso de la solución) a la solución de sulfuro amónico o sulfuro sódico usada en la operación de sulfurar. Los paquetes de rayón viscosa desulfurados con esta solución de una manera en sí conocida, p.e. por un tratamiento a presión y/o vacío, no presentan formación de manchas y el hilo es en su totalidad considerablemente más brillante que los paquetes de rayón desulfurado sin el uso de este compuesto.

También dichos compuestos pueden disolverse y utilizarse en los lavados con agua que preceden a la operación de desulfurado, pero desde un punto de vista práctico es preferible añadir los compuestos a la solución desulfurante, ya que las aguas de lavaje, normalmente se desechan, mientras que la solución desulfurante recircula y se usa nuevamente. Por lo cual, solo se necesitan pequeñas cantidades de los agentes "secuestradores" cuando son usados en la solución desulfurante, y como es sabido, cuando estos agentes se usan en solución alcalina, pueden emplearse incluso los agentes



ácidos, tal como el ácido etileno diamina tetra acético, ya que siendo sólo ligeramente soluble en agua forma una sal extremadamente soluble en solución alcalina.

5 Los metales pesados ligeramente solubles que quedan retenidos en el hilo y dan lugar a manchas oscuras en el rayón desulfurado, se cree son el plomo, y posiblemente, el hierro y el calcio. Aparentemente estos metales forman complejos estables y solubles con los agentes "secuestradores" y por ello son separados ya sea antes o durante la desulfuración porque siendo estables no pueden ser reprecipitados en presencia de un sulfuro.

10

EJEMPLO I.-

15 Varios paquetes de rayón viscosa fueron separados de la instalación de lavaje a vacío, dos horas antes de completar el lavaje con agua fría. Se lavaron en una artesa experimental durante dos horas, con una solución acuosa al 0,05% de Verseno a la temperatura ambiente (23°C) y luego fueron lavados de una a una hora y media con una solución al 0,05% de Verseno mantenida a una temperatura de unos 65° a 70°C.

20 Los paquetes se sometieron luego al desulfurado normal con sulfuro amónico, lavados nuevamente y secados. No se observaron manchas en los paquetes y el hilo era más brillante que el de la muestra de control.

25

EJEMPLO II.-

Varios paquetes de rayón viscosa se separaron de la instalación de lavaje a vacío, antes de su desulfuración y fueron tratados en una caldera de lavaje a vacío durante

30 3 1/2 horas con una solución normal de sulfuro amónico que contenía en solución un 0,05% de Verseno. Después de la



operación de desulfurado, las tortas se devolvieron a la instalación de lavaje a vacío, a fin de completar el ciclo de lavaje, y luego fueron secadas. Al mismo tiempo varios paquetes de rayón se lavaron y desulfuraron del modo normal, en la instalación de lavaje a vacío y luego se secaron. Dichas muestras de control se compararon con los paquetes especialmente tratados, observándose en estos últimos una mejora notable de brillo en todas las partes de los paquetes.

En toda la memoria de esta patente las sales especificadas a que se ha hecho referencia, son las sódicas, ya que éstas son las más fácilmente adquiribles en el mercado. No obstante, pueden usarse igualmente otras sales de metales alcalinos, tales como las potásicas y amónicas, y cualquier sal de un metal alcalino puede ser di- tri- o tetrasubstituída. Además, el grupo alquilenno puede ser etileno, propileno, etc., y el alifático, ácido monobásico carboxílico puede ser acético, propiónico, etc.

20

===== N O T A =====

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.º.- Procedimiento para evitar la formación de manchas oscuras y efectos mateantes en los paquetes ácidos de rayón viscosa lavados con agua y desulfurados con una solución de un sulfuro alcalino, caracterizado por someter a los mencionados paquetes durante una de las operaciones de post-tratamiento, a la acción de una sal alcalina de una alquil-diamina tetrasubstituída por ácidos carboxílicos alifáticos monobásicos saturados.

30

2.º.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,



caracterizado en que la cantidad de sal añadida es menor que un 0,1% basado en el peso total de la solución.

5 3.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado en que la sal, es la sal tetrasódica de la etileno-diamina tetrasustituída por el ácido acético.

4.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado en que la sal es la sal disódica de la etileno diamina tetrasustituída por el ácido acético.

10 5.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado en que la sal se añade a la solución desulfurante.

6.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado en que la sal es tetra sodio etilen diamina tetra ácido acético.

15 7.- Procedimiento para evitar la formación de manchas oscuras y efectos mateantes en los paquetes ácidos de rayón viscosa.

Esta memoria consta de ocho páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 25 ABR. 1956

P.A.

JOSÉ M. BOLIVAR
P.P.