

AÑO 1958

Expediente núm.

245822.



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN **245822**

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** INVENCIÓN por VEINTE años, en España

a favor de

VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN AG.

, de nacionalidad

alemana domiciliado en Glanzstoff-Haus, Wuppertal

~~XXXXX~~ -Elberfeld, Alemania.

~~XXXXX~~

por:

UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE HILOS QUE
POSEEN BAJO ALARGAMIENTO Y ALTA RESISTENCIA"

Nº 10812

Agente Sr. ELZABURU

31 DIC. 1958

VEF 999 Sp.



DIC. 1958

2 458 22

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN AG., entidad alemana, establecida en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE HILOS QUE POSEEN BAJO ALARGAMIENTO Y ALTA RESISTENCIA".

El presente invento se refiere a la fabricación de hilos de rayón o fibras de rayón con escaso alargamiento y elevada resistencia mecánica.

5 Tales hilos se exigen para determinados campos de aplicación, especialmente para cordoncillos como inserciones en productos de caucho.

10 Para la caracterización de la relación entre la resistencia mecánica y el alargamiento, se hace uso del módulo $M = 100 \times$ resistencia a la rotura (g/den) : % de alargamiento. Si, por lo tanto, se desea conseguir a la vez que una elevada resistencia

245822



C. 1956

mecánica, también un alargamiento bajo, deberá el hilo poseer un módulo alto.

En la Tabla 1 siguiente, se comparan las sedas artificiales normales (nros. 5 y 6) con algodón (nro. 1) y algunas sedas artificiales especiales (nros. 2, 3 y 4).

Tabla 1

Nro.	Resistencia Mecánica: g/den		Alargamiento %		Módulo	
	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo
1 Algodón	3,6	4,0	9	10	40	40
2 Fortisan	5,9	4,3	6	6	98	72
3 Zweibad Lilienfeld	5,8	4,3	8	10	72	43
4 Rayón especial	4,7	3,5	16	21	29	17
5 Flox	2,6	1,5	17	24	15	6
6 Cupramoniacaal	1,7	0,9	17	24	10	4

Es evidente, que los módulos del nro. 2, Fortisan, una seda artificial fabricada mediante saponificación de celulosa al acetato, y del nro. 3, seda Lilienfeld, son más elevados que el del algodón. Ahora bien, ambas fibras son relativamente difíciles de fabricar. Las sedas artificiales normales tienen valores bajos y únicamente el módulo de la seda artificial especial enumerada bajo el nro. 4, es mayor. Esta seda artificial fue fabricada hilando viscosa con una adición de 1,5 g/kg de una amina de coco etoxilada (peso molecular alrededor de 1.100), en un baño de hilatura con contenido de sulfato de cinc y formaldehído.

Se ha descubierto ahora, que puede conseguirse sedas artificiales con módulos sorprendentemente elevados, si a la viscosa, aparte de la amina etoxilada citada u otros agentes similares



245822

fomentadores de la deshinchazón del hilo en el baño A (p.e. glicoles polietilénicos, ácidos o alcoholes grasos etoxilados, aminas, poliaminas, bases amónicas cuaternarias o sus derivados etoxilados) en cantidades de 0,3 - 3,0 g/kg de viscosa, se le agregan además hasta 50 g/kg de una sal soluble de metal alcalino de un ácido fuerte.

La Tabla 2 muestra la influencia de cantidades de sulfato sódico, que se agregaron a una viscosa con 1,5 g/kg de una amina de coco etoxilada (peso molecular aprox. 1100).

10

Tabla 2

Nro.	Cantidad de Na ₂ SO ₄ agregada a la viscosa g/kg	Resistencia Mecánica g/den		Alargamiento		Módulo	
		seco	húmedo	seco	Húmedo	seco	Húmedo
1	0.0	5,1	4,1	14	28	36	15
2	1.7	4,7	3,8	11	25	42	15
3	3,4	5,0	3,9	11	24	45	16
4	5,0	5,2	4,1	10	21	52	20
5	12,0	5,2	3,6	8	18	65	20
6	30,0	5,0	3,7	7	13	72	28

Los cordoncillos fabricados con este material, de la construcción 1650 den 1 x 2 Z xS 12 x 12, proporcionaron las cifras siguientes:

2458 22



1956

Tabla 3

Nro.	Cordoncillo acondicionado			Cordoncillo secado en estufa			
	Resistencia Mecánica g/den	Alargamiento %	Módulo	g/den	Alargamiento	Módulo	
1	3,5	22	16	4,1	15	27	
2	3,4	19	18	4,1	14	29	
3	3,4	17	20	4,2	14	30	
4	3,6	17	21	4,1	12	34	
5	3,2	13	25	3,8	11	35	
6	2,9	12	24	3,6	10	36	

10 Según se desprenden de la Tabla 4, el NaCl actúa de manera similar al sulfato sódico.

Tabla 4

Cantidad de NaCl agregada a la viscosa g/kg	Resistencia Mecánica g/den		Alargamiento %		Módulo	
	seco	húmedo	seco	húmedo	seco	húmedo
0	5,1	4,1	14	28	36	15
3	5,0	3,8	11	23	46	17
6	5,2	4,0	9	21	57	19
9	5,4	4,0	8	20	67	20

25 La misma influencia tienen las sales potásicas de los mismos ácidos, así como también el nitrato potásico y el nitrato sódico. Las sales alcalinas del ácido fosfórico tienen una acción más débil y las sales de ácidos débiles son inactivas en el sentido del invento.

30 Pueden utilizarse celulosas de cualquier origen, tales como p.e. linters, celulosas nobles o celulosas de rayón standard, si bien hay que hacer observar, que el empleo de celulosas que contengan hemicelulosas, proporciona con mucha frecuencia sedas ar-

245822



tificiales con un módulo más elevado que la de linters.

El contenido de celulosa, así como la proporción celulosa/álcali en el viscosa, puede ser cualquiera.

5 Las soluciones de viscosa de acuerdo con el invento se hilan con un coeficiente gamma entre 56 - 35 en baños A del carácter del baño Müller, preferentemente con adiciones de sulfato de cinc superiores a 20 g/kg de baño.

10 Estos baños de hilatura pueden contener las mismas adiciones orgánicas que la viscosa y/o los medios auxiliares de la hilatura, tal como cloruro de laurilpiridino u otros agentes tensoactivos.

15 Como es sabido, se pueden aumentar todavía más las resistencias mecánicas, y con ello el módulo, mediante estirado del hilo coagulado en el baño primero, al aire, en un baño intermedio y/o en un baño B calentado.

Se ha comprobado además, que pueden mejorarse todavía más los resultados, si el baño intermedio, preferiblemente a temperatura ambiente, contiene 0,5 - 5;0% de formaldehido.

20 También resulta conveniente un secado del hilo desacidificado y avivado a una tensión de alrededor de 1000 g.

25 La Tabla 5 muestra en un breve resumen el efecto que tienen las diversas adiciones o métodos de trabajo. En todos los ensayos se utilizó una viscosa con la adición orgánica de acuerdo con el ejemplo siguiente. Bajo la columna HCOH se ha indicado si al baño intermedio se le agregó (+) o no (-) formaldehido. El signo + ó - en la columna "Secado" indica, si se secó o no bajo tensión.

31 DIC.



Tabla 5

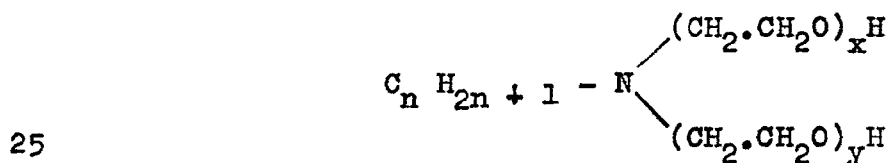
245822

	HCOH	Secado	Resistencia Mecánica		Alargamiento		Módulo		
			seco	g/den húmedo	seco %	húmedo %	sedo	húmedo	
5	Sin Na ₂ SO ₄	-	-	3,8	3,1	29	32	13	10
	Con "	-	-	3,4	2,4	14	19	24	13
	" "	-	+	3,8	2,7	8	8	48	33
10	" "	+	+	4,6	3,3	9	10	51	32

Ejemplo de trabajo

15 A partir de linters con un DP de alrededor de 650 se elabora de la manera conocida una celulosa alcalina. Sin más maduración previa, se sulfura esta celulosa alcalina con 40% de sulfuro de carbono, durante 5 horas a 26°. El xantato obtenido se disuelve para obtener una viscosa con 5,5% de celulosa y 4,8% de NaOH. La lejía de solución contiene 30 g de Na₂SO₄ por cada kg de viscosa terminada. Mientras se disuelve, se le agregan a la viscosa 1,5 g por kg de viscosa de amina de coco etoxilada, de la fórmula general:

20



donde n se mueve entre 8 y 14, siendo x + y = aprox. 20 y ascendiendo el peso molecular a alrededor de 1100.

30 La viscosa filtrada, desaireada y madurada posteriormente, de la manera conocida, se hila a un coeficiente gamma de alrededor de 48. La viscosidad asciende a 93 seg. caída de bola. Para

2458 22

31



un título de 1650 den, se utiliza una tobera de hilatura de 1000 agujeros. El diámetro de los agujeros es de 60 my. El baño de hilatura A tiene una composición de 4,3% de H_2SO_4 , 13,0% de Na_2SO_4 , 6% de $ZnSO_4$ y una temperatura de 48°C. El hilo en formación corre a partir de la tobera de hilatura a través de un tubo horizontal de 50 cm de largo y un diámetro interior de 20 mm, por el que fluye el baño A, y después de pasar por un pequeño tubito de desviación, llega a un rodillo R_1 , que gira a 19 m/minuto. El hilo abraza este rodillo 4 veces por medio de un rodillito estirado, montado debajo de dicho rodillo. Este rodillito estirado gira en un llamado baño intermedio. Este baño intermedio tiene la composición de 22 g/kg de H_2SO_4 , 90 g/kg de Na_2SO_4 , 38 g/kg de $ZnSO_4$ y 18 g/kg de formaldehído; temperatura: 30°. Desde un segundo rodillo R_2 , que gira a una velocidad de 40 m/minuto, es hecho pasar el hilo por un baño B de 95°. Este baño B contiene 15 g/kg de ácido sulfúrico y pequeñas cantidades de sulfato sódico, sulfato de cinc y formaldehído, que son arrastradas por el hilo en formación. La longitud del trayecto en este baño B asciende a 140 cm. Pasando por un tercer rodillo R_3 , que posee una velocidad periférica de 35,8 m/minuto, el hilo pasa a un cesto, que gira lentamente. En este cesto se desacidifica la masa de hilo, se desazufra y se aviva. A continuación se estira posteriormente en 11% el hilo todavía húmedo, utilizándose para ello un grupo de estirado ulterior, mientras se seca al mismo tiempo. El hilo ya seco se tuerce. De la manera conocida se fabrican entonces los hilos, torcidos o cordoncillos deseados en cada caso. Las características textiles del hilo fabricado de este modo, han sido indicadas en la Tabla 2 bajo el nro. 6.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania, el 4 de Enero de 1.958, bajo el Núm. V. 13660 IVc/29b, se acoge

245822

31



a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

5 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:

10 1.- Un procedimiento para la fabricación de hilos que poseen bajo alargamiento con y alta resistencia mecánicas, por el método de hilatura de la viscosa, mediante hilatura de una viscosa con adiciones de compuestos tales como glicoles polietilénicos, aminas etoxiladas, ácidos grasos etoxilados, alcoholes grasos etoxilados, aminas, poliaminas, bases amónicas cuaternarias o sus derivados etoxilados, en un sistema de baños de hilatura consistente en un baño A con sulfato de cinc, un baño intermedio
15 y un baño B ácido, calentado, caracterizado por que la solución de viscosa, aparte de los compuestos citados, contiene una sal soluble de metal alcalino de un ácido fuerte, en cantidades superiores a 3 g de sal/kg de viscosa.

20 2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que los hilos hilados y lavados, se secan bajo tensión.

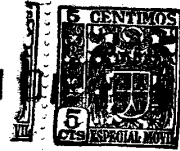
3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 -
2, caracterizado por que el baño intermedio contiene 0,5 - 0,5 g/l de formaldehído.

25 4.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado por que la solución de viscosa contiene 3,5 - 50 g/kg de sulfato sódico.

-8-

245822

31



5.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 - 4, caracterizado por que las cantidades de adición de los compuestos orgánicos citados en la reivindicación 1, asciende a 0,3 - 3,0 g/kg de viscosa.

5 6.- Un procedimiento para la fabricación de hilos de poseen bajo alargamiento y alta resistencia.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31 DIC. 1956

E. A.