

AÑO 1959

Expediente núm.



47410

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INTRODUCCION

247410

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INTRODUCCION por 10 años, en España

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S. A.

de nacionalidad

española

domiciliado en BARCELONA,

calle de Avda. José Antonio

núm. 654

por:

Procedimiento de fabricación de artículos de celulosa regenerada

Nº 11621

Agente Sr.

BOLIBAR,

28



247410

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 - domicilia-
da en Avda. José Antonio Primo de Rivera, 654. BARCELONA.

por:

"Procedimiento de fabricación de artículos de celulosa regenerada".

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

La presente patente se refiere a un procedimiento de fa-
bricación de artículos de celulosa regenerada, mediante el cual,
se evita el amarilleamiento de dichos artículos cuando están en
estado húmedo y se les somete a temperaturas elevadas.

247410

28



Aunque la presente patente se refiere de un modo particular a las fibras, filamentos e hilos de celulosa regenerada, el procedimiento de la misma es igualmente aplicable a las películas, cintas, tiras, etc, de celulosa regenerada, debiéndose entender que la palabra "artículo" utilizada en la presente memoria comprende los elementos descritos.

Se ha observado que al cabo de algún tiempo, los artículos de celulosa regenerada y blanqueada, obtenidos a partir de la viscosa, pierden parte de su blancura, o sea que amarillean, cuando se les ha secado siguiendo los procedimientos clásicos de secaje, mediante los cuales dichos artículos con un grado elevado de humedad han sido sometidos a un tratamiento con aire calentado a una temperatura elevada.

La pérdida de blancura se caracteriza en que los artículos de viscosa regenerada, adquieren la apariencia de un teñido amarillo; esta tendencia es particularmente notable, y por tanto indeseable, cuando se somete el artículo a tratamientos sucesivos de secaje o calentamiento. Por ejemplo, los artículos de rayón utilizados en la fabricación de artículos quirúrgicos o sanitarios, los cuales se someten a un vaporizado esterilizador antes de su uso.

Otros artículos, como p.e. ciertas prendas interiores de uso individual, pueden ser lo suficiente blancas en el momento de entregar al usuario, pero se amarillean notablemente si se las somete a un calentamiento en estado húmedo, como el antedicho, de un esterilizado por vapor. Lo mismo sucede, dentro de ciertos límites, con los artículos teñidos con colores pastel.

Según el procedimiento de la presente patente, el amarilleamiento debido a la exposición de los artículos de celulosa regenerada a una atmósfera húmeda y caliente, puede evitarse casi del todo, si el secado de dichos artículos se efectúa después de haberlos tratado con una solución acuosa que contenga iones HSO_3 . Esta



247410

solución puede ser aplicada de forma conveniente, en la fabricación normal de fibras o filamentos de rayón viscosa, añadiendo a la última solución de post-tratamiento o de acabado, un compuesto que de lugar a la formación de iones HSO_3 . Para que dichos iones estén presentes en la solución, es necesario que el pH de la misma esté comprendido o se le mantenga entre 3 y 6, de preferencia a un valor no más bajo de 4. Es esencial que la solución de acabado sea químicamente estable dentro de la gama de pH antes mencionada.

Los aniones de sulfito de hidrógeno pueden producirse en la solución acuosa para el post-tratamiento de los artículos, mediante ácido sulfuroso, sulfitos, meta-bisulfitos anhidros (p.e. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), o los sulfitos ácidos (bisulfitos) de metales alcalinos monovalentes, es decir del sodio, potasio y litio. Puede obtenerse una apropiada solución de aniones, haciendo burbujear gas SO_2 en una solución de un hidróxido de uno de los metales alcalinos monovalentes, hasta obtener una solución con un pH deseado. Cuando se utiliza un ácido o sulfitos no ácidos, es necesario regular el pH a un valor que se encuentre en la gama de 3 a 6; p.e. al utilizar un ácido, podrá emplearse hidróxido sódico como regulador del pH; si se utiliza un sulfito no ácido, p.e. el sulfito sódico, podrá emplearse como regulador el ácido clorhídrico o cualquier otro ácido no oxidante. Dicha regulación del pH tiende a desplazar el ácido o el sulfito hacia la preparación de una preponderancia de bisulfito que se ioniza para dar los aniones de sulfito ácido.

El producto preferido, puede añadirse a la solución de acabado para las fibras o filamentos de rayón, de manera que ésta dé ya lugar al valor deseado de pH.

Por razón de su módico precio, el sulfito sódico será generalmente el producto más utilizado para llevar a cabo el procedimiento de la presente patente.

247410²⁸



Aunque el inhibidor de la decoloración o amarilleamiento puede aplicarse en forma de solución a los artículos de celulosa regenerada ya secos o parcialmente secos, puede ser también conveniente aplicarlo a los artículos ya blanqueados y escurridos, p.e. inmediatamente después de la hilatura y post-tratamiento de las fibras o filamentos de rayón.

Según el procedimiento de la presente patente, la concentración óptima de bisulfito, de la solución empleada para tratar los filamentos y fibras de rayón recién obtenidos, deberá ser de un 0,4%, aunque pueden emplearse concentraciones más elevadas con un resultado completamente satisfactorio desde el punto de vista de la inhibición de la decoloración o amarilleamiento. El efecto de dicha solución no queda afectado por la presencia de un material de acabado, siempre que el pH de la solución se mantenga dentro de los límites antes indicados. Con el bisulfito sódico se obtiene normalmente una solución con un pH aproximadamente igual a 4,5. Si por cualquier causa el pH de la solución desciende por debajo de este punto, se libera gas SO₂ a la atmósfera. Se mantendrá el pH a un nivel de aproximadamente 3,0 mediante adición de sosa cáustica o de un álcali.

En la fabricación de fibras, filamentos o haces de filamentos una vez éstos han sido hilados, pasan progresivamente mediante dispositivos apropiados de transporte, a través de los baños de post-tratamiento líquido clásicos, tales como desulfuración, blanqueo y desactivación mediante lavado con agua, de las soluciones residuales de blanqueo. Luego antes de ser tratados con la solución final, se escurre el exceso de agua que llevan, haciéndolos pasar a través de juegos de rodillos escurridores. Las fibras, filamentos o haces de filamentos al abandonar dichos rodillos tienen un contenido de agua, referido a su peso seco, comprendido entre 170 a 300%. Después de ello avanzan bajo una lluvia de una solución de acabado, que según el procedimiento de la presente patente, contiene bisulfito sódico disuelto, pudiendo o no contener otros productos.

247410

28 EN



Luego, las fibras, filamentos o haces de filamentos, se hacen pasar de nuevo a través de juegos de rodillos de escurrido a fin de reducir su contenido líquido al más bajo nivel posible por ejemplo a alrededor de un 200%, basado en el peso seco de la fibra.

5 Finalmente se retira la fibra de los rodillos en estado humedecido por la solución que contiene los iones bisulfito y sin otro tratamiento, se secan de forma conocida. Durante el secaje, pueden conservarse bajo la forma más apropiada, p.e. bajo la forma de un haz de filamentos o napa de fibras soportado por un dispositivo de trans-

10 porte.

Cuando se reúnen los filamentos bajo la forma de una torta, p.e. en la hilatura en pote, las tortas se someten en una máquina especial en sí conocida, a las operaciones de desacidificación, desulfuración, blanqueo y acabado; la solución de acabado está formada por una emulsión que contiene un lubricante textil. Antes de

15 aplicar la solución que contiene bisulfito sódico, se escurren las tortas hasta que su contenido de humedad sea alrededor de un 230%, referido al peso seco de las tortas. La solución de tratamiento contiene, preferiblemente, de 0,3 a 0,5% de bisulfito sódico. Una vez

20 las tortas han sido tratadas con dicha solución, son colocadas conjunta o separadamente en un extractor centrífugo, en donde se las centrifuga hasta reducir su contenido de humedad a aproximadamente un 170%. Después las tortas se secan de forma en sí conocida (en

25 presencia de bisulfito sódico o de otros productos formadores de iones sulfito ácido) colocándolas sobre los órganos de transporte de un secadero clásico, durante 30 a 125 horas a una temperatura de 51°C a 102°C.

Dado que prácticamente en todos los usos textiles o industriales de las fibras de rayón, éstas están provistas de un agente

30 de acabado o de acondicionamiento de su superficie, para uno o varios fines, como p.e. la lubricación de las fibras para facilitar



su manipulación en las máquinas textiles, reducción del desarrollo de electricidad estática, o cambio de las fuerzas cohesivas entre las fibras, el inhibidor de la decoloración o amarilleamiento se junta preferiblemente, de acuerdo con el procedimiento de la patente, con el agente de acabado, por la razón de que si se usan dos soluciones separadas de cada ingrediente, la solución aplicada en último lugar antes del secaje, lavará las fibras y reducirá la proporción de ingrediente depositado sobre las fibras al aplicarle la primera solución. Por tanto, a fin de que la fibra contenga la cantidad requerida del agente de acabado y del inhibidor, la última solución que se aplique a las fibras, antes de su secado, contendrá los dos ingredientes, si se requiere un producto acabado. Evidentemente es esencial que el agente de acabado no sea afectado de forma perjudicial, por una tendencia a la acidez dentro de la gama de pH de 3 a 6. Deberán pues seleccionarse los agentes de acabados en lo que se refiere a su estabilidad dentro de la gama de dicho pH.

Un cierto número de agentes de acabado o de acondicionado de la superficie de las fibras, son estables en soluciones mantenidas a unos valores de pH dentro de la gama deseada, según el procedimiento de la presente patente. Estos agentes se encuentran en variedad suficiente para que se cumplan las funciones esencialmente requeridas de los artículos acabados, tales como la facultad lubricante, la prevención al desarrollo de fuerzas cohesivas suficientes de fibra a fibra. Ejemplos de agentes utilizados en una o varias de estas funciones, y que además son estables en presencia de aniones de sulfito de hidrógeno son: el monolaurato dndro sorbitan 20, el monopalmitato sorbitan y el triestearato dndro sorbitan 18, que poseen propiedades no iónicas; de agentes iónicos tales como: el sulfito de laurilo y de aceite mineral en presencia de oleato de butil-sulfato; y de agentes catiónicos tales como el etil-sulfato de cetiletilmorfolinio.

247410



El procedimiento preferido de aplicación del inhibidor de la decoloración o amarilleamiento de las fibras, según el procedimiento de la presente patente, consiste en tratar dichas fibras de celulosa regenerada (después de haber sido completamente lavadas y escurridas, y mientras están aún en estado húmedo) con una solución final de acabado que contenga el agente inhibidor de la decoloración o amarilleamiento, en proporción tal que toda la fibra quede impregnada con él.

Cuando las fibras están en forma de una napa de fibra cortada o de madejas, la solución final puede aplicarse mediante dispositivos a lluvia; si se trata de un haz de filamentos continuos, éste puede pasar a través de un baño de la solución, y luego, para ambos casos, a través de los rodillos de escurrido. La solución final se aplica a los paquetes huecos o tortas de hilos de rayón, bombeando a través de sus paredes, desde su interior hacia el exterior, mediante un tubo perforado que se extiende axialmente a través de dichos paquetes huecos o tortas.

Los ejemplos siguientes, que no tienen carácter limitativo, se dan a título ilustrativo del procedimiento de la presente patente.

Ejemplo 1

Un paquete o torta de fibras de rayón, mojado con una solución de acabado con un pH de aproximadamente 7,8 conteniendo monolaurato de sorbitan y triestearato de sorbitan, se le sometió a un centrifugado para reducir su contenido de humedad a un 170% aproximadamente, sobre su peso en estado seco. Mientras la torta estaba aún en estado húmedo, se desdevanaron 1000 m de hilo de la torta y con ellos se formaron mediante arrollamiento, dos madejas de 500 m cada una. Una de las madejas se trató con una solución de bisulfito sódico al 1%, centrifugándola a continuación para reducir su contenido de humedad. Luego ambas madejas se sobresecaron durante unas 2 horas a 105°C, después de ello, un extremo de cada madeja se mojó



247410

con agua, secándolos a continuación nuevamente. Después del segundo
secaje, los hilos de la madeja que no había sido tratada con la so-
lución de bisulfito sódico tenían un aspecto amarillento en la zona
que había sido mojada y secada por segunda vez. La madeja tratada
5 con la solución de bisulfito sódico no presentaba ninguna decolora-
ción o amarilleamiento.

Ejemplo 2

Una de las tortas de rayón de viscosa, que pesaba unos
1500 gr cada una (620 gr peso seco), se la sometió a la misma apli-
10 cación de acabado que la de la torta del ejemplo 1, se la trató con
una solución al 1% de bisulfito sódico; la torta así tratada se la
sometió a un centrifugado a fin de reducir su contenido de humedad
a un 170% aproximadamente. Luego se secaron ambas tortas en un seca-
dero túnel a una temperatura de 65°C durante unas 100 horas. Se moja-
15 ron luego otra vez ambas tortas, vaporizando la superficie periférica
de las mismas mediante una pistola de pintura al duco, hasta que las
fibras se mojaron a una profundidad de aproximadamente 6 mm, a partir
de la superficie exterior de las tortas. Luego se secaron de nuevo.
Después del segundo secaje, la torta que no se trató con la solución
20 de bisulfito sódico, presentaba un amarilleamiento en la zona exter-
na mojada y secada de nuevo. La torta sometida al tratamiento con bi-
sulfito sódico no presentaba ninguna decoloración o amarilleamiento
después del segundo tratamiento.

Ejemplo 3

25 Se repitieron las condiciones del ejemplo 2, excepto que
las tortas no contenían agentes de acabado. Después de haberlas seca-
do, se examinaron visualmente en lo que se refiere a su decoloración.
La torta no tratada con bisulfito sódico presentaba una decoloración
de la misma naturaleza que la presentada por la torta del ejemplo 2
30 que no había sido tratada con la solución de bisulfito sódico. La tor-
ta tratada con dicha solución no contenía fibras decoloradas o amari-
llentas.



Ejemplo 4

247410

Una partida de madejas de fibras de rayón blanqueado y des-
crudado, sin que contuvieran agentes de acabado, se dividió en cuatro
muestras de 150 gr. Una muestra (1) se mojó simplemente con agua co-
5 rriente; una segunda muestra (2) se mojó con una solución de acabado
que contenía un 0,03% de monolaurato de sorbitan 20 dendro, y cuyo pH
era de 7,5; la tercera muestra (3) se mojó con una solución que con-
tenía 0,03% de monolaurato de sorbitan 20 dendro y alrededor de 0,5%
de bisulfito sódico, con un pH de 6. Las tres muestras se centrifu-
10 garon para eliminar el exceso de líquido, después se secaron en un
horno según las fases que se indican a continuación: 10 minutos a
125°C, 15 minutos a 115°C y 20 minutos a 105°C. Las tres muestras
se examinaron en lo que se refiere a su brillo al final del ciclo
de secaje, examinándolas nuevamente al final de un tratamiento tér-
15 mico mediante vapor a una presión de 1 kg/cm² durante 30 minutos.
Examinadas las características de color y brillo de las muestras,
con un aparato de medición de dichas características, se comprobó
que el brillo de la muestra (3) apenas había disminuído, tanto
después del secaje como después del vaporizado; las muestras 1 y 2
20 habían sufrido en cambio una ligera pérdida de brillo. El amarillea-
miento de la muestra 3 apenas era perceptible, en cambio sí lo era
el de las muestras 1 y 2, principalmente después del vaporizado.

Ejemplo 5

Ocho tortas de rayón obtenidas por el procedimiento de
25 hilatura centrífuga, se dividieron en dos grupos. Ambos grupos, uno
de control y otro de ensayo, en condiciones idénticas de purificación
(lavaje, desulfuración y blanqueo), acabado y secaje, excepto que la
solución de acabado para las tortas de control no contenía bisulfito
sódico. Las tortas de ensayo con la solución de acabado conteniendo
30 un 0,3% de bisulfito sódico. La solución de acabado contenía un 1,9%
de un agente de acabado formado por una mezcla de 75 partes de aceite

247410



5 mineral blanco y 25 partes de oleato de butil sulfato. El pH de la solución de acabado conteniendo bisulfito sódico, se mantuvo entre 3,5 y 4,0. Después de un secaje en un secadero de tipo conocido, durante 95 horas a 63°C, las tortas tenían un contenido de humedad de un 3% o menos. Después de ello se examinó en cada grupo de tortas, mediante un espectrofotómetro, sus características de color.

De los resultados obtenidos se vió que la cantidad de blanco de las tortas tratadas con bisulfito sódico era superior a la de las tortas no tratadas o de control.

10 De todos estos ejemplos se saca la conclusión que los artículos de celulosa regenerada pueden secarse sin que experimenten una pérdida apreciable de blancura, si con anterioridad al secaje se les trata con una solución que contenga bisulfito sódico u otro producto formador de iones bisulfito, sin que sea necesario efectuar ningún
15 otro cambio en el procedimiento de fabricación.

Debido a su blancura superior, los artículos de celulosa regenerada tratados al bisulfito, se pueden teñir de una manera más uniforme con colores claros y obtener tonalidades de color más puras. Además, el color de dichos artículos es más estable p.e. después de
20 un lavado, esterilización, o tratamientos análogos. La estabilidad de color se manifiesta mejor en los artículos no teñidos, para los cuales se desea mantener en estado lo más blanco posible.

N O T A

- - - - -

Se reivindica como objeto de esta patente:

25 1.- Procedimiento de fabricación de artículos de celulosa regenerada resistentes a la decoloración o amarilleamiento, tales como fibras, filamentos y películas, caracterizado por el hecho de tratar dichos artículos ya lavados y libres de impurezas solubles, con una solución o baño que contenga sulfito de hidrógeno y que su pH esté
30 comprendido entre 3 y 6, secando a continuación dichos artículos en presencia de iones de sulfito de hidrógeno.

247410

28 ENE



2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que dicha solución o baño puede contener disuelto un bisulfito de un metal alcalino monovalente, ácido sulfuroso o dióxido de azufre.

5 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2 caracterizado en que los artículos de celulosa regenerada se les lava para liberarlos de impurezas solubles, mientras dichos artículos están mojados, y por liberarlos substancialmente del agua libre retenida.

10 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado en que la solución puede ser exprimida del artículo, antes de proceder a su secaje.

15 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado en que el tratamiento por calor del artículo se efectúa por vapor seco.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado en que la solución que contiene un agente de acabado para los artículos, es químicamente estable en la antedicha escala de pH.

20 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado en que dicha solución contiene en estado disuelto bisulfito sódico en una concentración de alrededor de unos 0,1%.

8.- Procedimiento de fabricación de artículos de celulosa regenerada.

25 Esta memoria consta de once páginas escritas por una sola cara.

Barcelona, 28 ENE. 1959

A. A.