

Caso NS 105.

nº 248.903

JE.



248903

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 Avda. José Antonio Primo de Rivera, 654. BARCELONA,

por:

"Procedimiento para la producción de filamentos, películas y similares artificiales".

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 extrusión para la fabricación de filamentos, películas, hojas y cintas artificiales de mejores características mecánicas.

Es ya conocido que para comunicar un aspecto mate a

- 2 - 248903



Los filamentos artificiales de por ejemplo, rayón viscosa, cuproamoniacal o acetato, o de materiales obtenidos de forma totalmente sintética, se suspenden pigmentos blancos en las masas líquidas que luego han de ser hiladas para obtener los filamentos. Estos pigmentos, especialmente los de dióxido de titanio, deben ser de tal tamaño que reflejen la luz lo mejor posible y además, que no obstruyan los orificios de extrusión.

La experiencia ha demostrado que los mejores efectos mateantes se obtienen cuando las partículas tienen un tamaño de 600 a 1000 milimicronos. Dichos pigmentos mateantes se incorporan a la masa de extrusión (por ejemplo, soluciones acuosas de viscosa, o de celulosa cupro-amoniacal, o soluciones de acetil-celulosa en solventes orgánicos, o también los productos de polimerización fundidos usados en la producción de hilos totalmente sintéticos) de manera que den dispersiones lo más estables y uniformes posibles, que luego son hiladas a través de los orificios de extrusión.

Aunque el procedimiento de la presente patente tiene ciertos puntos de contacto con estos métodos ya conocidos, se refiere sin embargo al empleo de substancias diferentes y a la obtención de efectos distintos.

De acuerdo con el procedimiento de la presente patente se incorpora a la masa de extrusión óxidos de metales o metaloides finamente divididos, obtenidos en forma de aerosol por descomposición térmica de compuestos volátiles de metales o metaloides (como por ej. tetracloruro de sílice, cloruro de aluminio, tetracloruro de titanio, tetracloruro de zirconio o cloruro de zinc) en estado de vapor, mediante agentes de oxidación o hidrólisis, recuperándose los óxidos en forma de partículas de aerogel de un diámetro inferior a los 150 milimicro-

248903



59

nes. La descomposición térmica puede llevarse a cabo en presencia de oxígeno o gases combustibles.

Si bien ciertas de estas sustancias cuando se usan en cantidades relativamente grandes, pueden producir una cierta opacidad en los filamentos, no deben considerarse como pigmentos mateantes. Ocasionalmente, cuando los índices de refracción del óxido y del material de los filamentos son substancialmente iguales, prácticamente no reflejan la luz, por ejemplo, cuando se usa una aerogel de sílice en acetilcelulosa, debido a que sus índices de refracción son prácticamente los mismos (1.55) no existe efecto mateante.

Los antedichos óxidos de metales o metaloides finamente divididos (que considerados químicamente, consisten de óxido estánnico, dióxido de silicio, dióxido de titanio, óxidos de zirconio, zinc u otros parecidos) se caracterizan por una superficie específica particular, que los diferencia fundamentalmente de los conocidos óxidos de metales o metaloides no obtenidos por descomposición térmica de un compuesto del metal o metaloide en estado de vapor y de óxidos obtenidos por oxidación de vapores del metal o metaloide. Esta parece ser la razón por la que según el procedimiento de esta patente, el uso de estos óxidos de metales o metaloides presentes en forma de aerogel en la fabricación de filamentos de materiales artificiales, da como resultado un apreciable fortalecimiento interno de éstos, caracterizado por una mejora considerable de sus propiedades mecánicas, especialmente su resistencia al frote, a resquebrajarse y otras, las cuales se asocian al mismo tiempo con una mejora correspondiente de la estabilidad y tenacidad de los artículos hechos con estos productos.

248903

10



La forma de llevar a cabo el procedimiento de esta patente, depende del proceso empleado en la fabricación de los filamentos. Cuando un material acuoso es extruído en forma de filamentos, los aerogel-óxidos pueden amasarse con agua, sosa cáustica diluída o amoníaco, antes de su adición al material destinado a extrusión. Generalmente se añaden en una fase del proceso en la que normalmente se añade el pigmento mateante. Cuando la extrusión es de un material disuelto en disolventes orgánicos (pomo por ej. el rayón acetato) los aerogel-óxidos se amasan con acetona o con la mezcla solvente usada, y esta suspensión se añade al material de extrusión. Si deben incorporarse agentes mateantes de tipo ya conocido, éstos pueden mezclarse con los aerogel-óxidos, y esta mezcla puede amasarse juntamente con la masa de extrusión. Esta variante tiene la ventaja de mejorar la estabilidad de las pastas de pigmento, por la propiedad de los aerogel-óxidos de retardar la velocidad de sedimentación del pigmento.

La incorporación de los aerogel-óxidos a la masa de extrusión puede también llevarse a cabo en otras fases del proceso. Por ejemplo, en el proceso viscosa, puede incorporarse durante la sulfuración del álcalicelulosa efectuando la mezcla en las tamboras de sulfuración, con lo cual se asegura una distribución uniforme.

En la producción de filamentos sintéticos, los aerogel-óxidos pueden incorporarse a la masa de extrusión del polímero fundido, o a la mezcla de los materiales de partida, antes o durante la polimerización o condensación.

También los aerogel-óxidos pueden añadirse mezclados con tintes o negro carbón en pasta, tal como estas se añaden, de modo en si conocido, a la masa antes de su extrusión. Igual-



mente se obtienen filamentos artificiales de tenacidad, resistencia al frote y resistencia al resquebrajamiento.

Los efectos logrados por el procedimiento de la patente pueden obtenerse, en principio, empleando cualquiera de los
5 óxidos de metales o metaloides útiles que puedan obtenerse en forma de aerosol de una manera "per se" conocida, por descomposición térmica de los compuestos de metales o metaloides en estado de vapor, recuperándolos en forma de aerogel de partículas de un diámetro inferior a 150 milimicrones. También son
10 útiles a los fines del procedimiento de la patente, mezclas de varios de estos óxidos. La elección del óxido a mezclar depende de los efectos adicionales que se deseen obtener. Así por ej., para la obtención de materiales que posean una buena capacidad de absorción, se prefiere el uso de un aerogel de
15 dióxido de silicio, mientras que los óxidos de aluminio o zirconio obtenidos de la misma forma, son más apropiados para la obtención de materiales menos absorbentes o repelentes al agua.

Por otra parte, el óxido de titanio tiene la ventaja
20 sobre otros óxidos de ser más apropiado para amortiguar el brillo de los materiales artificiales. Todos estos compuestos, sin embargo, tienen la propiedad común de mejorar las características mecánicas de los materiales artificiales, cuando se usan de acuerdo con el procedimiento de la patente. Este
25 efecto empieza a aparecer cuando se incorporan a los materiales artificiales, de acuerdo con el procedimiento de la patente, pequeñas cantidades del orden de 0,05% en peso de los óxidos de metales o metaloides. Para usos prácticos, se emplean mayores cantidades, que pueden ser de hasta un 10% y que ventajosamente están comprendidas dentro los límites de 0,1 a 2%.
30

248903



Ejemplo 1.

Una solución de viscosa igual a las empleadas en la obtención de rayón viscosa, con una suspensión de un 0,3% en peso C.e.V. de un aerogel de óxido silícico (obtenido por descomposición térmica de vapores de tetracloruro de silícico) y con un diámetro promedio de partícula de 40 milimicrones, se hiló de forma usual. Los hilos obtenidos gozaban de unas características mecánicas considerablemente mejores que los hilos de rayón obtenidos de la misma viscosa pero sin adición del aerogel de dióxido de silicio.

Ensayada la resistencia a la abrasión con un aparato Schopper, se encontró que se necesitaban 1342 frotaciones antes de detectarse con el microscopio, un ligero resquebrajamiento de los filamentos, mientras que en el rayón sin adición del aerogel de silicio, se observó un resquebrajamiento después de 682 frotaciones.

Ejemplo 2.

2000 g de un aerogel de dióxido de titanio (obtenido por descomposición térmica de tetracloruro de titanio en una atmósfera conteniendo vapor) con un diámetro promedio de partícula de 80 milimicrones, se amasaron con 8000 g de agua mediante un mecanismo agitador a elevada velocidad, para formar una suspensión. 2,5 kg. de la suspensión antedicha, que contenía un 20% de dióxido de titanio, se mezcló íntimamente con 17,5 kg de agua y 30 kg de un material formado por condensación del ácido adípico con hezametilendiamina. La mezcla se hiló de forma conocida "per se" por el proceso de hilatura por fusión para obtener filamentos de nylon. Los filamentos obtenidos poseían un agradable efecto mate. Se distinguían por sus mejores propiedades mecánicas y eran muy apropiados



para ser manipulados posteriormente, por ej. en género de punto y similares.

 N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

5 1) Procedimiento para la producción de filamentos, películas y similares artificiales de mejores características mecánicas, caracterizado en que aerogeles de óxidos de metales o metaloides finamente divididos (obtenidos en forma aerosol de manera conocida "per se" por descomposición de compuestos
10 volátiles de metales o metaloides en estado de vapor, mediante agentes de oxidación o hidrólisis y recuperados en forma de aerogel), con un diámetro promedio de partícula inferior a 150 milimicronas, se mezclan uniformemente con las masas de extrusión o los productos de partida o intermedios para la obten-
15 ción de dichas masas, y en que las masas se hilan luego de forma conocida para obtener filamentos, películas y similares.

2) Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por emplear un aerogel de sílice.

20 3) Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por emplear aerogeles de óxido de aluminio u óxido de zirconio.

4) Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por emplear aerogeles de dióxido de titanio, óxido de zinc u óxido estánnico.

25 5) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplear óxidos de metales o metaloides en cantidad tal, que los filamentos y películas contienen hasta un 10%, preferiblemente de 0,1 a 2% de ellos.

6) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por añadir óxidos de metales o me-

248903

- 8 -



taloides finamente divididos simultáneamente o consecutiva -
mente con los pigmentos usuales de mateado o teñido, a las
masas de extrusión o a los productos intermedios para la pro-
ducción de dichas masas.

5 7) Procedimiento para la producción de filamentos,
películas y similares artificiales.

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

BARCELONA, 10 de abril de 1959.

P. A.