

CEMI



252330

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

a favor de

SNIA-VISCOVA Società Nazionale Industria Applicazioni -
Viscosa S.p.A., de nacionalidad italiana, domiciliada en
MILANO (Italia) Via Cernaia, 8

por:

"Procedimiento para la obtención de fibras y filamentos
de celulosa regenerada".

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

Es sabido que se obtienen filamentos de celulo
sa regenerada inyectando o extrudiendo soluciones alcali
nas de xantogenato de celulosa (comúnmente designadas -
por "viscosa") por medio de una hilera apropiada, en un
5 baño de coagulación. Este consiste generalmente en una -
solución ácida de sales que contiene cantidades variables

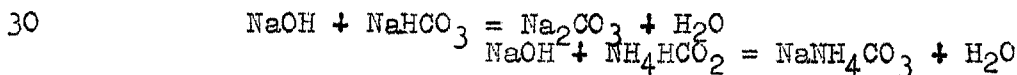


de ácido libre, por lo común sulfúrico, y de ácido en forma de sal sódica, regularmente sulfato sódico, todo ello en concentración apropiada para obtener la coagulación que interesa.

5 El baño puede contener otras sales, por ejemplo, sales de cinc, de magnesio y de otros cationes, con el fin de acelerar la coagulación o retardarla, o bien adiciones capaces de modificar también las condiciones de coagulación por influir sobre las tensiones superficiales de los baños, la hidrofilia de los filamentos extrudidos, la penetración del baño, etc. En la presente descripción se prescindirá de estas últimas adiciones, y se entiende que pueden agregarse también, a los baños de coagulación conforme al presente invento, del mismo modo que a los baños de coagulación usuales.

15 El procedimiento objeto de la presente invención se caracteriza porque la solución de sodio y xantogenato de celulosa se extrude en forma de filamentos del modo usual, y con los aparatos usuales (aunque éstos no se describen ni representan), en un baño que no contiene ácido libre, pero sí, en cambio, un bicarbonato alcalino con preferencia bicarbonato sódico. Además de esta sal, conviene que el baño contenga asimismo otra, por ejemplo sulfato sódico.

25 La acción coagulante de los bicarbonatos alcalinos, en particular del bicarbonato sódico, se debe a su reacción con la sosa caústica libre contenida en la viscosa, con formación de carbonato sódico, según el esquema



16 SEP



Como las soluciones de carbonato alcalino no son disolventes del sodio-xantogenato de celulosa, los filamentos de viscosa se coagulan a la salida de las hileras y forman hilos de sodio-xantato.

5 El uso de bicarbonatos alcalinos, en particular de bicarbonato sódico, en vez de ácido libre, en el baño de coagulación, ofrece ventajas de orden económico, pues permite recuperar con facilidad los reactivos, lo cual no es posible empleando ácido sulfúrico libre, porque éste, al reaccionar con la sosa del sodio-xantogenato, produce sulfato sódico, del que no pueden recuperarse económicamente los reactivos iniciales. Además, se ha comprobado con sorpresa que, procediendo conforme al presente invento, se obtienen filamentos de sección casi exactamente circular, y desde luego mucho más regulares que los obtenidos por los métodos actuales, de sección recor-
10 tada o irregular. Es importante obtener una sección regular porque, a igualdad de título, la superficie es menor y más uniforme, y los géneros elaborados, por ejemplo, los tejidos, no son manchadizos. Además, una sección regular interesa para diversas aplicaciones también en cuanto a aspecto, tacto, etc.

Es sorprendente que los bicarbonatos alcalinos puedan utilizarse del modo previsto en el presente inven-
25 to. En efecto, antes era notorio el empleo de bicarbonato sódico en la viscosa con objeto de hacer fibras huecas. El bicarbonato, en contacto con ácido, desarrolla anhídrido carbónico. Un fenómeno de este género es perjudicial cuando no convenga obtener una fibra hueca. Pero
30 en el caso presente, la fibra coagulada contiene por ne-



cesidad todavía bicarbonato alcalino, y, no obstante, puede ponerse en contacto con ácido en la fase de regeneración que sigue a la coagulación, sin ninguno de los inconvenientes que hubieran debido esperarse.

5 Es indudable que el hilado coagulado según el invento debe ser sometido a los demás tratamientos corrientes, de los cuales se mencionará en particular aquí la regeneración con ácido, que es el único tratamiento químico necesario para formar el hilado. Ala regeneración
10 pueden seguir la desulfuración, el blanqueo y otros tratamientos dependientes de las propiedades que haya de reunir el hilado, pero éstos no guardan relación con el principio esencial. Además, es sabido que el hilado se lava después de cada tratamiento químico, y que se deseca y apresta al final de la elaboración. De estos tratamientos, que no forman parte del invento, y son además -
15 conocidos, se prescindirá en la presente descripción.

El invento es aplicable en general a todas las viscosas. Se aplica con preferencia a viscosas con un -
20 contenido de celulosa de 6 a 11%, y una alcalinidad total, calculada como contenido en hidróxido sódico (NaOH) de 6 a 9%. Todas las proporciones han de entenderse en peso.

La cantidad de bicarbonato alcalino contenido
25 en el baño puede variar dentro de amplios límites. Con preferencia no baja de 0,5%, y puede llegar hasta 4%, y prácticamente hasta la saturación. Según se ha advertido la reacción del bicarbonato alcalino con la sosa cáustica de la viscosa forma carbonato. Este, sobre todo el sódico,
30 debe existir en el baño en proporciones no excesi-



5 vas; es preferible mantenerlas por debajo de 6%. Como es
 sabido, las cantidades de los diversos componentes de -
 los baños se regulan mediante circulación de los mismos,
 o sea substrayendo continuamente cierta porción de baños
 5 agotados que van a la regeneración de los reactivos, y -
 substituyéndola con una cantidad equivalente de baños -
 frescos.

Cuando se opere, como se hace con preferencia,
 con baños que contengan sulfato sódico, la proporción en
 10 peso de éste se mantiene ventajosamente entre 22 y 28%.

La temperatura de los baños de coagulación os-
 cila mejor entre 32 y 60°C.

El grado de polimerización de la celulosa no -
 afecta a los fines del invento, y puede variar, por ejem-
 15 plo, entre 200 y 650.

El invento se comprenderá mejor por la descrip-
 ción de los siguientes ejemplos de ejecución, no limita-
 tivos.

EJEMPLO 1º

20 Una viscosa con 10% de celulosa al grado de po-
 limerización 300-350 y una alcalinidad total equivalente
 a 6,5% de NaOH, se hila en un baño de coagulación de la
 composición siguiente:

25	Na ₂ SO ₄	25%
	NaHCO ₃	3,6%
	Na ₂ CO ₃	2,5%

La temperatura de hiladura se mantiene alrede-
 dor de 40°C.

La velocidad de hiladura puede ser cualquiera,
 30 por ejemplo, regulada entre 60 a 100 m/min., y la alimen-
 tación de viscosa a la hilera se puede variar sin difi-



cultad, para obtener un hilado de fibra múltiple del título deseado.

La inmersión de la hilera, según es sabido y se practica usualmente, se regula a base del título de las distintas fibras que constituyen el hilado, en el sentido de que, al aumentar el título, se aumenta la inmersión de la hilera.

Por ejemplo, para filamentos de título de 1-2,75 den. resulta adecuada una inmersión de la hilera de 30-45 cm., y para filamentos por encima de 20 den., la inmersión de la hilera y el recorrido del hilado en el baño se aumentan hasta 80-100 cm., De este modo se obtiene un hilado con 10-12% de celulosa, todavía en estado de xantogenato sódico, en el que la sosa caústica libre se ha neutralizado por completo, y el bicarbonato ha pasado a carbonato sódico.

El hilado así coagulado se regenera después, por ejemplo, tratándolo dos minutos con baño ácido de regeneración que contenga ácido sulfúrico, 110 g/lit.; $ZnSO_4$, 5-10 g/lit., y Na_2SO_4 , 110 g/litro. La temperatura del baño se mantiene a 40-45°C.

Se obtienen hilados con filamentos de secciones a transversales circulares, no recortadas, y dotados de una tenacidad de 1,5 g/den., según el título.

Debe observarse que las modalidades de la regeneración son conocidas y no forman parte del presente invento, en el que puede aplicarse cualquier método de regeneración, con un baño adecuado discrecional, discontinuo o continuo, incluso como parte de un procedimiento de hilatura continua.



A la coagulación, antes de regenerar, puede seguir un tratamiento intermedio, que podría llamarse de "lavado", y tiene por objeto terminar o mejorar la eliminación, en los filamentos, de los baños de coagulación, y con ello del carbonato y el bicarbonato alcalino, elevando el contenido en celulosa de los filamentos coagulados disminuyendo su hinchazón y facilitando la fase regeneración. El segundo baño empleado con tal objeto es salino, y no contiene ácido libre; puede carecer asimismo de bicarbonato alcalino, o contenerlo, especialmente cuando la sosa caústica libre de la viscosa no se haya neutralizado todavía por completo. La temperatura del tratamiento intermedio puede variar dentro de amplios límites, pero se prefiere entre 25 y 45°C. Con preferencia, la concentración de Na_2SO_4 es superior a la que existe en el baño de coagulación.

EJEMPLO 2º

Se opera como en el ejemplo 1º, pero el hilado coagulado, antes de la regeneración, se somete a un nuevo tratamiento, en el que pasa por un baño que contiene 35% de Na_2SO_4 , a 35°C.

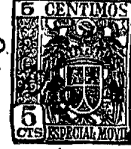
A la salida de este segundo baño se obtiene un hilado que, en comparación con el entrante, tiene más consistencia, por ser mayor su proporción de celulosa, que puede alcanzar valores próximos a 15%, y está menos hinchado.

Después de la regeneración, el hilado presenta siempre una sección transversal circular.

EJEMPLO 3º

Se opera como en el ejemplo 1º, pero el hilado

16 SEP.



que se coagula antes de regenerarlo, se trata en un segundo baño que contiene 26% de Na_2SO_4 y 3,5 de NaHCO_3 , a 40°C.

De este modo, el hilado saliente contiene un 15% de celulosa, todavía en forma de xantogenato sódico, y alrededor de 2% de NaHCO_3 , mientras que la proporción de Na_2CO_3 puede estar fuertemente disminuida con relación a la del hilado entrante, y completamente anulada durante un lapso bastante largo.

EJEMPLO 4º

Una viscosa como la empleada en el ejemplo 1º, se hila en un baño que contiene 26% de Na_2SO_4 , 4% de Na_2CO_3 y 3% de NaHCO_3 , a la temperatura de 35°C. Este baño de coagulación, aunque menos enérgico que el expuesto en el ejemplo 1º, proporciona también la completa neutralización de la sosa caústica libre contenida en la viscosa, aunque se preparen hilados con título elevado de fibra. El hilado coagulado contiene alrededor de 10% de celulosa; para su regeneración se puede proceder como en el ejemplo 1º.

EJEMPLO 5º

Una viscosa como la del ejemplo 1º se hila en un baño que contiene 26% de Na_2SO_4 , 5% de Na_2CO_3 y 1% de NaHCO_3 , a la temperatura de 45°C. En este baño, la hiladura se efectúa satisfactoriamente, sobre todo al producir títulos muy bajos, para los cuales se consigue neutralizar sin dificultad la NaOH libre.

Para títulos más elevados, por ejemplo, de 15 den., conviene un segundo tratamiento salino, como en el ejemplo 2º, a fin de conseguir una eliminación más com-



pleta de la sosa caústica y de disminuir la hinchazón del zantato de celulosa antes de la regeneración.

EJEMPLO 6º

Una viscosa que contiene 6,5% de celulosa al -
5 grado de polimerización 500-600 y una alcalinidad total
equivalente a 7% de NaOH, se hila en un baño que contie-
ne 27% de Na_2SO_4 , 3,6% de NaHCO_3 y 4% de Na_2CO_3 , a 50°C.
La alimentación de la hilera y la velocidad de hilatura
se pueden variar, para obtener un hilado de fibra múlti-
10 ple, con filamentos que, después de la regeneración, dan
títulos de 1,5 a 20 denier. El hilado que sale del baño
de coagulación contiene 10% de celulosa. La regeneración
se efectúa como en el ejemplo 1º, y se recomienda seguir
igual técnica, sobre todo cuando interese producir hila-
15 do continuo de fibra múltiple, de los tipos de 100-300 -
den., con filamentos de 2,5 a 7 denier. Las tenacidades
obtenibles en hilados continuos, después de regenerar, de
secar y aprestar, van de 1,8 a 3 g/den., según el título
de las hebras.

20 EJEMPLO 7º

Se opera como en el ejemplo 1º, pero empleando
una viscosa con un grado de polimerización de 400-450 y
alcalinidad total equivalente a 8% de sosa caústica, y -
un baño de coagulación que contiene 23% de Na_2SO_4 , 2,5%
25 de NaHCO_3 y 5% de Na_2CO_3 , mantenido a la temperatura de
53°C.

EJEMPLO 8º

Se opera como en el ejemplo 1º, pero con una -
viscosa que contiene 11% de celulosa y alcalinidad total
30 equivalente al 9% de NaOH, y un baño de coagulación con



27% de Na_2SO_4 , 3,8% de NaHCO_3 y 3,5% de Na_2CO_3 , a la temperatura de 57°C.

5 A los hilados coagulados según los ejemplos IV y siguientes, como, en general, según cualquier ejemplo de ejecución del presente invento, son de aplicación los tratamientos intermedios antes de regenerar, descritos en los ejemplos 2º y 3º.

10 Debe advertirse que la coagulación se puede efectuar asimismo en dos o más tiempos, en su caso empleando baños distintos en los tiempos sucesivos.

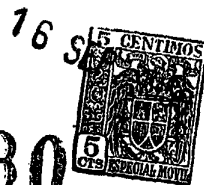
N O T A

REIVINDICACIONES

15 1ª.- Procedimiento para la obtención de fibras y filamentos de celulosa regenerada, a partir de soluciones alcalinas de xantogeno de celulosa: caracterizado porque la solución alcalina de xantogenato de celulosa se hila en un baño de coagulación que no contiene ácido libre, pero contiene bicarbonato alcalino, en particular bicarbonato sódico.

20 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que el baño de coagulación es una solución de bicarbonato alcalino, carbonato alcalino y otra sal, en particular sulfato sódico.

25 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª o 2ª, en el que el baño de coagulación consiste en una solución salina que contiene de 22 a 28% en peso de sulfato sódico, de 5% hasta saturación, de bicarbonato -



sódico, y hasta 6% de carbonato sódico.

4ª.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones precedentes, en el que la solución alcalina de xantogenato de celulosa contiene de 6 a 11% en peso de celulosa, y da una alcalinidad total, calculada como contenido en sosa caústica, de 6 a 9% en peso.

5ª.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones precedentes, en el que la temperatura del baño de coagulación es de 32 a 60°C.

6ª.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones precedentes, en el que los filamentos coagulados se someten a regeneración del modo habitual, por tratamiento con ácido, y a cualquier otro tratamiento usual necesario para obtener el producto terminado que interese.

7ª.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones precedentes, en el que los filamentos coagulados se someten, antes de la regeneración, a un tratamiento intermedio con un baño salino que no contiene ácido libre.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el baño salino no contiene bicarbonato alcalino, y es preferentemente una solución de sulfato sódico en proporción más alta que la de sulfato sódico en el baño de coagulación.

9ª.- Procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el baño salino contiene los mismos componentes que el de coagulación, pero eventualmente en proporciones distintas.

10ª.- Procedimiento según una o varias de las -

252330



reivindicaciones precedentes, en el que la coagulación se efectuó en varios tiempos sucesivos, en su caso con baños distintos

5

lla. Procedimiento para la obtención de fibras y filamentos de celulosa regenerada".

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

BARCELONA, 16 de septiembre 1959

P. A.
[Handwritten signature]