



P.- 19.695

GB. 1982/BB. 1475

258336

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

258336

PATENTE DE INTRODUCCION

formulada el 24 de Mayo de 1.960, con el núm. 258.336

en

E S P A Ñ A

por DIEZ años

a nombre de AMERICAN VISCOSE CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 1617 Pennsylvania Boulevard, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"PROCELMIENTO PARA MENORAR LA RESISTENCIA A LA SUCIEDAD
DE PRODUCTOS CIELOSICOS"

El presente invento se refiere a la preparación de fibras de celulosa tales como filamentos y ramales o fibras de viscosa que tienen calidades mejoradas en lo que concierne al ensuciamiento.

5 Se ha sugerido hasta ahora revestir fibras de celulosa con un depósito de sílice finamente dividida para mejorar su resistencia al deslizamiento y su resistencia a la suciedad. Diferentes procedimientos han sido sugeridos para la preparación de tales fibras revestidas de sílice. Por
10 ejemplo, en la patente americana número 2.622.307 presenta-



258336

da el 8 de marzo de 1.951 a nombre E. J. Cogovan & E.D. Frederici, se indica la aplicación de sílice coloidal en la parte expuesta de una pila de textiles por proyección, frotamiento, etc, lo que conduce a un revestimiento de las fibras que se deteriora sensiblemente por tratamientos sucesivos de limpieza. Otros ejemplos de la técnica anterior relativos a la aplicación de sílice coloidal han sido estudiados a fondo, pero no han proporcionado enseñanzas que pudieran ser seguidas para conseguir un agarre suficiente de las partículas de sílice por las fibras y la adherencia de ésta para procurar una resistencia suficiente a la suciedad en un periodo de servicio que comprende un cierto número de operaciones de limpieza. La patente americana número -

2.693.427, presentada el 30 de julio de 1.947 por Carleton L. Kingsford describe por ejemplo el tratamiento de las fibras en un baño que contiene un agente catiónico activo en superficie y una sal inorgánica, y luego el tratamiento en un baño diluido de sílice coloidal. Aunque se suponga que la sustancia catiónica promueva el depósito de sílice sobre las fibras y que la sal inorgánica esté presente para ayudar al depósito de la sílice y promover su fijación, los esfuerzos realizados hasta ahora para conseguir este resultado en un tratamiento con dos baños de una manera continua, no han producido fibras cargadas con partículas de sílice fijadas de manera permanente para influir en la resistencia a la suciedad conforme a las normas deseadas para poner en práctica el presente invento.

Por consiguiente, uno de los objetos principales del presente invento es prever fibras revestidas de sílice, así como un procedimiento para producirlas, estando caracte-

258.336



rizadas tales fibras por una cantidad suficiente de sílice
llevada para proporcionar una resistencia excepcional a la
saciedad y una adherencia mejorada de la sílice sobre las
fibras. Adicionalmente a este objeto, otro objeto del in-
5 vento es prever un procedimiento para aplicar la sílice a
fibras celulósicas según un procedimiento en una sola etapa.
Se desea además que tal procedimiento sea aplicable en la
fabricación de las fibras durante la primera parte del pro-
cedimiento de fabricación. Otro objeto más específico del
10 invento es prever fibras de rayos que convengan para ser
utilizadas para formar las pilas de textiles en montones,
tales como alfombras, felpas o terciopelos y los mechones
de textiles en borras o copos, u otros productos en copos.

Estos objetos, así como otros, son obtenidos tra-
15 tando los productos celulósicos con una suspensión coloidal
acuosa, que haya envejecido convenientemente, de partículas
de sílice o agregados, a los cuales se ha añadido una pe-
queña cantidad de una sal de un metal polivalente antes del
desarrollo.

20 La suspensión coloidal acuosa de sílice es preparada
por la adición de una sal de un metal polivalente a sales
de sílice en que la dimensión de las partículas acuosas es
sensiblemente menor. La presencia de iones polivalentes
lleva la sílice a desarrollarse o agregarse para dar una
25 solución en la cual por lo menos el noventa por ciento de
la sílice está presente en la forma de partículas cuya di-
mensión media está comprendida entre 0,5 y 1,5 micras, di-
mensión que se ha descubierto que conviene particularmente
bien para el tratamiento de fibras textiles, estando compren-
30 dido el promedio de dimensión preferida entre 0,8 y 1,2 micras.

258336



La presencia de iones de metal polivalente mejora también sensiblemente el agarre de la sílice por la celulosa y mejora su adherencia con ésta. Por medio de este procedimiento, pueden ser preparadas suspensiones que tengan dimensiones deseadas de partículas, a partir de sales de sílice de cualquier dimensión inferior, incluidas, aunque no limitada a ellas, dimensiones de aproximadamente 100 milimicras. Con objeto de poner en práctica el invento sin embargo, son utilizadas las soluciones coloidales comercialmente disponibles. Estas tienen una gama de dimensiones de partículas comprendida entre 12 y 20 milimicras.

Preparando las soluciones de tratamiento de sílice coloidal conforme a características del presente invento, es necesario, después que la sal de metal polivalente ha sido añadida a la solución coloidal de sílice, permitir a la composición envejecer hasta que la formación de partículas de mayor dimensión haya sido conseguida. Es interesante señalar que, aunque esto pueda llevar desde varios minutos hasta varias horas, según la concentración de las partículas y de las sales polivalentes añadidas para completar la formación de partículas de sílice de mayor dimensión, no se produce un desarrollo suplementario hasta una dimensión de partículas muy por encima de 1,5 micras dentro de límites apreciables. De esto resulta que la suspensión de tratamiento, una vez formada, puede permanecer en reposo durante periodos de tiempo sustanciales; aunque se puede producir un depósito apreciable de partículas de sílice de mayor dimensión o agregados, durante el reposo, esto carece aparentemente de efecto perjudicial y una pequeña agitación es todo lo necesario para dispersar

258336



de nuevo las partículas de sílice o agregados en el medio acuoso.

5 Aunque el procedimiento conforme al presente invento considera el empleo de cualquier sal de metal polivalente que no sean las sales de aluminio fundamentales, tales, como el formiato básico de aluminio y el cloruro básico de aluminio, se prefiere generalmente, en particular para el tratamiento de fibras de celulosa regeneradas, para mejorar su resistencia a la suciedad, emplear sales de 10 aluminio, dado que el aluminio no da ningún color a las fibras tratadas como resultaría si se emplearan otros metales tales como el hierro o el cobre. Ejemplos de sales de metales que convienen para la puesta en práctica del presente invento, comprenden el formiato de aluminio, el acetato de 15 aluminio, el cloruro de aluminio, el cloruro de cinc, el cloruro de magnesio, el sulfato de magnesio, el cloruro férrico y el sulfato cúprico. El sulfato de aluminio, incluidas las sales dobles comúnmente mencionadas con el nombre de alumbre, es preferido generalmente y será utilizado en el curso de la descripción detallada de ejemplos de 20 realización del presente invento.

25 Los productos de sílice coloidal están comercialmente disponibles en cantidad y son satisfactorios para la puesta en práctica del presente invento, incluidos productos tales como el producto "Ludox" (fabricado por la sociedad E.I. Du Pont de Nemours & Co.) y el "Syton" (fabricado por Monsanto Chemical Co.). Estos productos se pueden obtener en la forma de dispersión concentrada de partículas cuya dimensión es inferior a 50 milimicras. Entre las soluciones coloidales preferidas para ser utilizadas conforme a 30

258336



características del presente invento, e están las soluciones coloidales acuosas de "ludox" que contienen aproximadamente 30 por ciento de partículas de sílice coloidal cuyas dimensiones se encuentran en la gama de 15 a 20 milimicras de diámetro, aunque pueda estar presente aproximadamente 0,30 por ciento de óxido de sodio hasta aproximadamente 0,15 % de sulfato de sodio. Estas soluciones coloidales tienen una gama de pH que se extiende aproximadamente de 8,5 a 10,5.

10 Se ha descubierto, en el curso de las investigaciones que han conducido al presente invento, que la dimensión óptima media de las partículas de agregados de sílice para tratar la celulosa regenerada es aproximadamente de una micra de diámetro, es decir, aproximadamente de 0,8 a 15 1,2 micras. Partículas de dimensiones extremadamente uniformes son difíciles de conseguir, pero se pueden conseguir fácilmente las dispersiones en las cuales un elevado predominio de partículas tienen dimensiones en la gama considerada y cuyas dimensiones medias son de aproximadamente una 20 micra, poniendo en práctica el invento, y ésto es particularmente satisfactorio. Esta dimensión media de las partículas es deseada porque las dispersiones que pueden ser empleadas para aplicarla a las fibras son más inestables si la dimensión media es sensiblemente mayor de una micra, y la retención de la sílice para partículas de mayores dimensiones se 25 reduce un poco. La solución de tratamiento de la sílice preferida conforme al presente invento, se caracteriza, sin embargo, por una ligera inestabilidad, es decir, por una tendencia de la sílice a depositarse durante el reposo. Esta 30 pequeña cantidad de depósito no presenta inconveniente, dado



que el baño de sílice es agitado normalmente y la sílice se mantiene entonces en suspensión por el movimiento de las fibras del material en éste, y metiendo y sacando la solución del baño. Aunque se reconozca que la composición de tratamiento no es una verdadera solución, sino más bien una suspensión macrocoloidal de partículas de sílice finamente dividida o agregado, en la cual se puede producir un depósito apreciable cuando se deja ésta en reposo, se designará, para la facilidad de la descripción del presente invento, con el nombre de solución de tratamiento.

De acuerdo con lo que precede, es manifiesto que la manera según la cual es preparada la dispersión de la sílice antes del contacto con las fibras, es una de las características esenciales del presente invento. Una etapa importante que no ha sido apreciada antes aparentemente, es que la solución de sílice, solución coloidal, debe estar suficientemente envejecida después de la adición de sales de metales polivalentes hidrolizables antes de la aplicación de las fibras, para que tenga partículas de una uniformidad y de dimensiones satisfactorias en el baño de tratamiento antes del empleo. Aunque el período de envejecimiento varía un poco con la sal de metal polivalente particular añadida para las sales de aluminio tales como el $Al_2(SO_4)_3$ y los alumbres, se pueden conseguir dimensiones de partículas y distribuciones con un envejecimiento de aproximadamente 3 horas. Sin embargo, se puede conseguir una mayor uniformidad de dimensiones de las partículas por medio de un envejecimiento más largo, tal como, por ejemplo, una duración de aproximadamente



258336

seis horas. La dimensión de las partículas puede ser controlada dentro de ciertos límites por la concentración de los ingredientes mezclados para formar el baño de sílice para el tratamiento de las fibras. Las soluciones de tratamiento con la sílice, cuando están dispuestas para ser utilizadas, han de tener preferentemente un contenido de sílice basado en el peso de la solución, de aproximadamente 0,05% a 0,15%, aunque puedan ser utilizadas soluciones de tratamiento con contenidos de sílice tan elevados como 0,30% de sílice. Cuando la sal de agregación es una sal de aluminio tal como el sulfato aluminoso o alumbre, ha de ser utilizado en cantidades tales que el aluminio esté presente en la solución de tratamiento, calculada sobre la base del contenido de Al_2O_3 , en cantidades de aproximadamente 0,005 a 0,38 %, y preferentemente en la gama de 0,0076 a 0,86%. La conversión de este porcentaje en peso de sal, en el cual la sal añadida es $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$, que es la forma en la cual el sulfato de aluminio está más fácilmente disponible, la gama extensa sería de aproximadamente 0,03 a 0,25 en peso de la solución y la cantidad preferida de 0,05 a 0,15%. En los límites superiores de la gama extensa anterior, para concentraciones de uno u otro o de ambos, sílice y sulfato de aluminio, se forma una suspensión que tiene una apariencia coloidal pronunciada. Si la concentración del sulfato de aluminio se aumenta igualmente, por ejemplo a 0,10%, mientras se utiliza 0,05% de sílice, se forma una dispersión inestable que conduce a un precipitado ligero. Si se utilizan mayores porcentajes de sílice con 0,10% de sulfato de aluminio, se forman dispersiones todavía más inestables y precipitados todavía más pesados. Sin embargo,

258336



el precipitado es completamente dispersado y su formación parece no tener ningún efecto perjudicial. El pH del baño de sílice a la concentración recomendada de los ingredientes se encuentra en la gama aproximada de 4 a 5.

5 Aunque uno de los efectos de la adición de sales de metales polivalentes a soluciones coloidales de sílice del comercio permite aumentar la dimensión de las partículas hasta una gama de dimensiones que parece ser altamente satisfactoria para el tratamiento de productos celulósicos, 10 la presencia de iones de metal polivalente tal como el aluminio mejora sensiblemente también el grado de agarre de la sílice por la celulosa y la adhesión de la sílice sobre la celulosa. El tratamiento de las fibras de celulosa con una suspensión de sílice acuosa en la cual la sílice ha sido producida, por ejemplo, por trituración hasta una dimensión de 15 partículas de aproximadamente una micra, no dará resultados equivalentes incluso si la suspensión ha sido acidificada hasta un pH de 1 a 5. La presencia de iones de metal polivalente es necesaria para obtener una adhesión excelente entre 20 la sílice y la celulosa obtenida por los procedimientos que ponen en práctica características del invento. Esta adhesión mejorada del depósito de la sílice y este agotamiento mejorado de la sílice sobre la superficie de la celulosa, se combinan para producir fibras de celulosa tratadas que tienen 25 calidades de resistencia a la suciedad que son conservadas incluso después de lavados sucesivos.

Para obtener los mejores resultados, las fibras deben ser tratadas para hacerlas resistentes a la suciedad, mientras están en el gel o lo que se denomina el estado "verde", 30 es decir, que están completamente mojadas con la solución de

258336



sílice en una etapa en la cual han alcanzado un estado sensiblemente regenerado después de la hilatura, pero antes de haber sido secadas hasta un punto de equilibrio con la humedad de la atmósfera ambiente. Por el tratamiento en el estado verde se obtiene una mejora complementaria en la retención de la sílice por la fibra de celulosa. Sin embargo, aunque la práctica preferida para regenerar la celulosa sea tratarla en dicho estado verde, las fibras de celulosa regeneradas que han sido secadas pueden ser mojadas de nuevo y tratadas con soluciones, poniendo en práctica características del invento, y se consigue una mejora considerable en la resistencia a la suciedad.

Aplicando la solución de tratamiento que incluye sílice, las fibras son generalmente mojadas con la solución de tratamiento durante un periodo de aproximadamente 2 a 30 minutos. Un periodo de 2 minutos es suficiente para un procedimiento continuo, aunque el periodo pueda ser prolongado prácticamente hasta 30 minutos para asegurar de modo cierto el depósito de la sílice. Periodos más largos, aunque no perjudiciales, no tienen utilidad señalada. Después de esto, el exceso de suspensión es exprimido de las fibras, por ejemplo haciendo pasar las fibras entre un par de rodillos. Las fibras pueden ser secadas entonces a cualquier temperatura deseada, hasta 107 grados C. Generalmente, deben ser evitadas temperaturas de secado más elevadas, particularmente cuando el ion de metal polivalente ha sido añadido en la forma de sulfato tal como $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$.

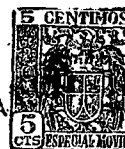
En la puesta en práctica del presente invento, un agarre inicial de sílice de aproximadamente 1% en peso del contenido de sílice de las fibras se considera que puede ser

- 10 -



5 generalmente preferido. En agarres cuyos valores son de aproximadamente 2 %, un poco de la sílice puede conducir a la formación de polvos sobre las fibras. Esto es generalmente perjudicial, aunque para ciertos fines los agarres de fibras
10 tan elevados como el 3 % de sílice pueden ser utilizados. El límite inferior de la sílice para un perfeccionamiento efectivo en las propiedades de no ensuciamiento, es de aproximadamente 0,3%. Las cantidades inferiores pueden ser utilizadas evidentemente, pero para impedir la suciedad, son generalmente
15 insuficientes para producir resultados enteramente satisfactorios, aunque se obtenga alguna protección. Cuando la fibra es teñida después del tratamiento por la sílice, puede resultar una reducción en el contenido de la sílice tan elevado como el 50%. Sin embargo, este es un perfeccionamiento sustancial en la retención de sílice con relación a la técnica anterior y deja todavía las fibras con suficiente sílice para mejorar sensiblemente su resistencia a la suciedad.

20 Las fibras que adquieren sílice conforme a las enseñanzas del presente invento, requerirán normalmente un acabado del tipo lubricante para un tratamiento satisfactorio en forma de filamentos y en los tejidos. El acabado a aplicar es preferentemente un acabado no iónico. Ejemplos de tales acabados son los ésteres de sorbitol de palmítico y ácidos láuricos, el monopalmitato de sorbitol, el monolaurato de sorbitol
25 y el monooleato de sorbitán. Estos son utilizados en la forma de emulsiones acuosas con cualquier agente conveniente de emulsión tal como el polioxietileno modificado en triestearato de sorbitán. Tales acabados son aplicados convenientemente a baños acuosos que contienen de 0,1 a 2% del material de acabado. Aunque los ingredientes de acabado se pueden incorporar
30



258336

a la solución de tratamiento con la sílice, se prefiere utilizar un baño separado para la aplicación de los ingredientes de acabado después que ha sido aplicada la sílice. Esto se puede hacer, y se hace, preferentemente antes del secado de las fibras. En la práctica, se prefiere generalmente aclarar las fibras después de haber dejado la solución de sílice y los rodillos de secado, para evitar arrastrar la solución de sílice al baño que contiene los ingredientes de acabado. Cuando los ingredientes de acabado han sido incorporados a la solución de sílice, existe una cierta tendencia a impedir el agarre de la sílice por las fibras y a hacer el revestimiento de sílice menos fijo y más expuesto a pérdidas en el curso del blanqueo.

Los ejemplos siguientes servirán para ilustrar el presente invento.

EJEMPLO 1

Se han formado baños de tratamiento de fibras mezclando sulfato de aluminio y una solución concentrada de sílice coloidal, cuyas partículas tenían una dimensión media de 18 milimicras, con una concentración de sílice que variaba entre 0,05 y 0,15% y variando el sulfato de aluminio, calculado sobre la base de $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ en una gama similar de concentración. La solución se dejó envejecer durante tres horas para el desarrollo de las dimensiones de partículas antes de su aplicación a la fibra. En cada solución se han tratado masas de madejas separadas. El tratamiento típico comprendía la circulación del baño, durante un periodo de diez minutos, con una cantidad de baño por lo menos veinte veces mayor que la cantidad de fibras en peso, en la masa de madejas o fibras. La tabla A siguiente especifica las concen-

12-



258336

traciones de sílice y de sulfato de aluminio utilizadas con cada ejemplo, estando expresado la apariencia del baño de sílice resultante y el agarre de sílice en porcentajes en peso de sílice de la fibra tratada.

5

TABLA A

Mues- tra.	Porcenta- je de SiO_2	Porcentaje de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 18 H_2O	Apariencia	Sílice agarre de SiO_2 en las fibras.	
10	1	.05	.05	Celuloide claro	0.71
	2	.10	.05	Celuloide medio	1.10
	3	.15	.05	Celuloide oscuro	1.45
	4	.05	.10	Precipitado muy ligero.	0.73
	5	.10	.10	Precipitado me- dio.	0.87
15	6	.15	.10	Precipitado pe- sado.	0.87
	7	.05	.15	Precipitado pe- sado.	0.52
	8	.10	.15	Precipitado pe- sado.	0.57
	9	.15	.15	Precipitado pe- sado.	0.75

20

Cada muestra o masa de fibras ha sido centrifugada y se- cada a 107 grados C. Después de ésto, se ha aplicado un ester de ácido graso de sorbitol utilizado como acabado, haciendo circular 0,15% de la solución a través de la madeja.

25

La madeja se ha prensado y secado por segunda vez. To- das las muestras han sido examinadas en lo que concierne al agarre o retención de sílice y sus características de aptitud al tratamiento. Después de un lavado enérgico a 60 grados C., las fibras presentaban una retención sustancial de la sílice y una buena resistencia a las manchas o a la suciedad. La mues- tra nº 3 presentaba las mejores propiedades de conjunto en re-

30



258336

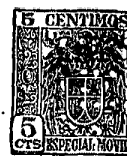
lación con la resistencia a la suciedad, a la retención de sílice y a las características de tratamiento. El baño de sílice aplicado a la muestra 3 se caracterizaba por una fina dispersión que tendía a depositarse en un periodo de 24 horas pero podía ser completamente dispersada de nuevo. Se ha descubierto que esta condición coincidía e indicaba, tal como se observó por recuento microscópico, con una dimensión media de partículas de aproximadamente una micra, en las cuales una pequeña fracción en peso de las partículas tenía una dimensión sensiblemente inferior a 0,5 micras o superior a aproximadamente 1,5 micras. La madeja terminada era suave y capaz de ser tratada, y contenía en el análisis 1,45% de sílice.

EJEMPLO II

Se ha preparado una solución para aplicar sílice a fibras mezclando sulfato de aluminio, es decir, $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$, agua y una solución de sílice coloidal que puede ser obtenida en el comercio y cuyas partículas tienen por término medio una dimensión de 18 milimicras, en proporciones tales que proporcionaran una concentración de sílice de 0,05 %, calculada sobre la base de $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$. La solución se ha dejado depositar durante por lo menos tres horas, y durante este tiempo las partículas se agregaron para formar partículas más gruesas con un diámetro medio de 0,9 micras. Las dimensiones de las partículas han sido determinadas por recuento en el microscopio, y se ha descubierto que sensiblemente más de la mitad en peso de las partículas tenían una dimensión mayor de 0,6 micras y menor de 1,2 micras. Menos del 0,3% en peso de las partículas comprendía partículas fuera de la gama de 0,5 micras a 1,5 micras. Se han puesto fibras húmedas de alfombra

- 14 -

258336



5 en un baño que contenía la solución descrita más arriba en la proporción de una parte de fibras por 25 partes de baño. La temperatura de tratamiento era de 45 grados C. Después que la fibra fué sumergida en el baño durante aproximadamente 10 minutos, las fibras fueron prensadas, aclaradas en el agua y secadas a aproximadamente 100 grados C. Las fibras fueron analizadas para determinar el contenido de sílice antes y después del teñido con diversos tintes directos indicados a continuación:

10	Fibra tratada con sílice y teñida con la clorantina F	0,76 % de sílice
	Castaño BRI-índice de color F.47.	0,35 % de sílice
	Fibra tratada con sílice teñida con el azul Benzo brillante 6BA-índice de color número 518	0,34 % de sílice

En estado seco, las fibras tratadas con sílice según este ejemplo no presentaban ninguna tendencia a soltar polvo.

EJEMPLO III

20 Fibras de rayón brillantes y rizadas han sido tratadas según el procedimiento descrito en el ejemplo II, excepto que diversas muestras de fibras han sido tratadas separadamente con soluciones de tratamiento realizadas de acuerdo con las concentraciones indicadas en la Tabla B siguiente:

TABLA B

25	Porcentaje de sílice en la solución	Porcentaje de sulfato de aluminio en la solución.	Porcentaje de sílice sobre las fibras.
	0,05	0,05	0,81
	0,15	0,05	1,63
	0,05	0,10	0,75
	0,15	0,10	1,16
	0,05	0,15	0,59
30	0,15	0,15	0,91

258336



De acuerdo con los informes dados por la tabla B, se observará que el depósito mayor se obtiene en las muestras de fibras tratadas con soluciones en las cuales el contenido en sulfato de aluminio era pequeño en relación con el contenido en sílice.

EJEMPLO IV

Se ha preparado una solución de tratamiento con la sílice con una concentración de 0,15% y una concentración en sulfato de aluminio de 0,10%. Se ha dejado envejecer la solución durante tres horas para obtener una dimensión de partículas de aproximadamente una micra y se ha aplicado entonces a madejas de viscosa mate y rizada, haciendo caer la solución en forma de lluvia sobre las fibras que eran llevadas por un transportador. Una muestra de la solución presentaba una tendencia de las agregaciones de sílice a formarse en un periodo de 24 horas. La aplicación de la solución a las fibras se ha hecho a la temperatura de 45 grados C. y se ha continuado durante diez minutos. Las madejas de fibras han sido centrifugadas y secadas a 100 grados C. Después de esto las fibras han sido tratadas con un acabado lubricante que comprende un ester de ácido graso de Sorbitol para hacer las fibras más tratables.

Las madejas de fibras han sido formadas en hilados que, a su vez, han sido transformados en alfombras anudadas. Una muestra de alfombra ha sido teñida en una tina de teñido clásico. Se ha hecho un análisis de fibras de la alfombra, en lo que concierne a su contenido de sílice, antes y después del teñido. Los valores de sílice encontrados en la alfombra han sido los siguientes:

Después de la apertura (por tratamiento con el algodón)

1,13 %

-16-

258336



Después del anudado (muestra de alfombra) 1,10 %

Después del teñido (muestra de alfombra) 0,40 %

5 Muestras de tapices o alfombras que comprenden fibras no teñidas y tratadas con la sílice, fibras teñidas tratadas con la sílice y fibras no tratadas, han sido sometidas a pruebas sobre un suelo. Se ha observado una mejora sustancial en la resistencia a la suciedad con relación a muestras de tapices o alfombras de fibras no tratadas en las muestras hechas de fibras tratadas con la sílice. La muestra no teñida
10 con el mayor contenido de sílice se ha mostrado la menos manchada.

EJEMPLO V

Una solución para tratar fibras ha sido preparada con una concentración de 0,10 % de sílice y 0,05 % de alumbre
15 ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$). Se ha dejado envejecer la solución durante cinco horas y se ha aplicado en forma de lluvia sobre una cubierta de madejas de fibras de viscosa, de manera con-
tínua, durante un período de cinco minutos. Las madejas de fibras han sido centrifugadas y secadas a 80 grados C. Se
20 ha descubierto que las fibras habían ganado 0,9 % en peso a causa del agarre de sílice. Después de esto, las fibras han sido lavadas y secadas para determinar su aptitud para retener la sílice. Durante una nueva pesada, se ha descubier-
to que el contenido en sílice era igual a aproximadamente 0,75%.
25 Las fibras han sido probadas en el laboratorio con muestras de control, en lo que concierne a la retención de manchas, y se ha descubierto que retenían sensiblemente menos cuerpos su-
cios que la muestra de control. La solución de sílice prepa-
rada conforme a este ejemplo, muestra una tendencia a depo-
30 sitarse después de un reposo de 24 horas, pero la sílice es



258336

puesta de nuevo completamente en suspensión por una ligera agitación de la suspensión.

EJEMPLO VI

5 Se ha preparado una solución con una concentración de 0,15 % de sílice y 0,20% de $Al(C_2H_3O_2)_3$ equivalente a 0,10 % de Al_2O_3 , para tratar fibras. Se ha dejado envejecer la solución durante tres horas, después de lo cual las fibras de alfombra de rayón han sido sumergidas en la solución durante diez minutos a 45 grados C. siendo agitadas las fibras durante el tratamiento. Las fibras han sido prensadas hasta un peso equivalente a 200 % de su peso en estado seco, aclaradas en el agua, centrifugadas y secadas a 100 grados C. El análisis de las fibras ha mostrado una retención de sílice de 0,85%. La aplicación de un acabado en forma de ester de ácido graso de sorbitol según una concentración de 0,1 %, suavizó las fibras suficientemente para permitir el tratamiento ulterior sin polvo de sílice o roturas de fibras.

20 Los ejemplos que anteceden ilustran características esenciales del invento, así como ciertas maneras de puesta en práctica. Muestran como la sílice, en cantidad suficiente para presentar una resistencia a la suciedad, puede ser aplicada a fibras preparando en primer lugar una suspensión de sílice que comprende los ingredientes descritos en proporciones convenientes, dejando envejecer la solución de modo conveniente antes de utilizarla de manera que tenga la dimensión de partículas deseada. De esta manera, la sílice puede ser depositada sobre las fibras según las cantidades deseadas y de una manera tal, que mejore su adherencia utilizando un solo baño, evitando así los esfuerzos necesarios

18

258336



5 para poner en práctica los procedimientos más complicados de la técnica anterior. El carácter del catión de la sal hidrolizable utilizada para la agregación de las partículas de sílice, las proporciones de ingredientes y el envejecimiento conveniente, son todos elementos importantes para conseguir un agarre y una retención eficaz de la sílice por las fibras.

10 El invento se extiende, a título de productos industriales nuevos, a fibras así tratadas y a los artículos que las incorporan.

El invento no se limita a los ejemplos de realización descritos; es por el contrario de alcance general y susceptible de variantes y de modificaciones claramente manifiestas para el técnico.

15 N O T A

20 Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Introducción, por DIEZ años, son los siguientes:

25 1º.- Procedimiento para mejorar la resistencia a la succión de productos celulósicos, especialmente regenerados, en el cual se trata la celulosa regenerada con una suspensión acuosa de sílice que contiene iones de un metal polivalente y en el cual por lo menos el 90% de la sílice tiene una dimensión media de partículas de 0,5 a 1,5 micras, preferentemente de unas 0,8 a 1,2 micras, luego se quita el exceso de suspensión acuosa de la celulosa regenerada, después
30 de lo cual se seca la celulosa para fijar la sílice sobre ésta,

258336



habiendo sido preparada la suspensión acuosa de sílice por la adición de una sal de metal polivalente hidrolizable que no sea una sal metálica básica a una solución coloidal de sílice, cuyas dimensiones de partículas son sensiblemente menores, y finalmente se deja envejecer la solución.

5

2º.- Procedimiento según el punto 1º, caracterizado porque la suspensión acuosa contiene aproximadamente de 0,05 a 0,30 %, preferentemente no más de 0,15 % de sílice.

10

3º.- Procedimiento según los puntos anteriores, caracterizado porque el ion de metal polivalente es el aluminio, siendo la sal metálica, por ejemplo el sulfato de aluminio.

15

4º.- Procedimiento según los puntos anteriores, caracterizado porque una cantidad suficiente de sal de aluminio es añadida a la solución coloidal de sílice para dar un contenido calculado de Al_2O_3 de aproximadamente 0,005 a 0,38 % en peso, preferentemente de un 0,007 a un 0,26 %.

20

5º.- Procedimiento según los puntos anteriores, caracterizado porque la suspensión acuosa ha sido envejecida durante tres horas antes de tratar la celulosa regenerada.

6º.- Procedimiento según los puntos anteriores, caracterizado porque la celulosa regenerada es tratada antes del secado, después de haber sido formada.

25

7º.- Procedimiento según los puntos anteriores, caracterizado porque la celulosa regenerada tratada es tratada además con un baño acuoso que contiene un acabado del tipo lubricante, después de que se quita un exceso de suspensión acuosa y después del secado.

30

258336



89.- Procedimiento para mejorar la resistencia a la
suciudad de productos celulósicos.

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

5 Esta Memoria consta de veinte hojas y la presente es-
critas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

22 JUN 1960

P.A.