



258435

258435

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

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

formulada el 28 de Mayo de 1960, con el núm. 258.435.

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de AMERICAN VISCOSE CORPORATION, entidad nortea-
mericana, establecida en 1617 Pennsylvania Boulevard, Fi-
ladelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:
"UN METODO DE PRODUCIR CUERPOS CON FORMA DE CELULOSA RE-
GENERADA"

Este invento se refiere a la producción de cuerpos
con forma, de celulosa regenerada a partir de viscosa, y,
más en particular, a filamentos y fibras de celulosa re-
generada a partir de viscosa.

5 Los artículos con forma, de celulosa regenerada a-
partir de viscosa, como por ejemplo filamentos, formados
por los métodos usuales, constan de una película o envol-
tura exterior y un núcleo con una clara línea de demarca-
ción entre ambos. La sección de los filamentos presenta-
10 una superficie exterior muy irregular o estriada cuando-



258435

se hallan presentes en el baño de hilado incluso pequeñas cantidades de sales de cinc u otras sales de metales polivalentes. Las partes de película y núcleo del filamento representan diferencias en estructura y estas partes diferentes poseen diferentes características de hinchado y teñido, permitiendo estas últimas una fácil identificación de la película y del núcleo. La estructura superficial claramente irregular y estriada posee una resistencia al desgaste por abrasión relativamente baja y recoge con facilidad partículas extrañas, por ejemplo, de suciedad. Aunque la parte del núcleo posee una resistencia a la tracción relativamente elevada, tiene una baja resistencia al desgaste por abrasión y escasa duración de flexión, se halla sometida a fibrilación y es relativamente rígida.

Se ha descubierto ahora que en la presencia de pequeñas cantidades de aductos solubles en álcali de óxido de alcoholeno con alcohol-hidrazinas mono grasas, en la viscosa, da lugar a la producción de artículos de celulosa regenerada con forma como filamentos, películas, láminas y similares, compuestos totalmente de película y que tienen propiedades y características mejoradas, siempre que la cantidad del aducto se mantenga dentro de ciertos límites y la composición del baño de hilado se mantenga dentro de ciertos límites de composición que se definirán aquí en lo que sigue. Las características más fácilmente apreciables en comparación con los filamentos usuales comprenden una superficie no estriada, lisa, y los filamentos que están formados totalmente de película.

Este invento considera el empleo de aductos de óxi

258435



do de alcoholeno con alcohol-hidrazinas mono-grasas que-
tengan, por lo menos, unos 10 a 50 ó más grupos óxido de
alcoholeno por molécula, preferentemente de unas 14 a --
unas 30 unidades de óxido de alcoholeno por molécula de
alcohol-hidrazina mono-grasa. Es evidente que para todas
5 las aplicaciones prácticas considerando el precio, faci-
lidad de preparación, disponibilidad comercial y solubi-
lidad en agua, en soluciones alcalinas y en soluciones --
ácidas, son preferibles los aductos de óxido de etileno.
10 Aunque el invento se describe haciendo referencia especí-
fica a aductos de óxido de etileno, debe entenderse que-
son, asimismo, satisfactorios otros aductos de óxido de --
alcoholeno como, por ejemplo, los aductos de óxido de --
propileno.

15 El radical o grupo alcoholo graso es una cadena li-
neal alcohólica grasa o hidrocarbonada que contenga de 6
a 24 átomos de carbono y puede ser saturada o no satura-
da. El radical o radicales pueden obtenerse a partir de-
los ácidos grasos derivados de grasas y aceites animales
20 y vegetales como, por ejemplo, aceite de coco, aceite de
semilla de algodón, aceite de maiz, aceite de soja, acei-
te de palma, aceite de cacahuete, sebo y análogos y las-
grasas y aceites hidrogenados. La alcohol-hidrazina mono-
-grasa, tal como se utiliza para la preparación de los -
25 aductos, puede ser un compuesto puro como la lauril-hidra-
zina o, bien, puede estar formada de una mezcla de di---
chas hidrazinas en la que los radicales alcoholo grasos-
se obtienen o derivan de una mezcla de ácidos grasos de-
un aceite o grasa determinado como, por ejemplo, el acei-
30 te de coco. Los aductos pueden prepararse por reacción -

258435



entre los hidrógenos amínicos de una alcohol-hidrazina -
mono-grasa o una mezcla de alcohol-hidrazinas mono-grasas
con un óxido de alcoholeno o un polioxialcoholen-glicol.
Aductos que sean satisfactorios pueden derivarse de los-
5 ácidos cáprico, láurico, mirístico, oleico, esteárico y-
similares o de mezclas de ácidos grasos como los obteni-
dos del aceite de coco u otra grasa o aceite, por ejem-
plo, del ácido Lorol que se vende comercialmente y que -
es una mezcla de ácidos grasos del aceite de coco.

10 El término "aducto" se utiliza aquí para simplifi-
car la descripción y designa un producto de reacción for-
mado mediante la reacción entre un óxido de alcoholeno y
una alcohol-hidrazina mono-grasa o mezclas de alcohol-hi-
drazinas mono-grasas en que una cadena polioxi-alcoholé-
15 nica sustituye a cada uno de los átomos de hidrógeno uni-
dos a los átomos de nitrógeno. No es necesario que cada-
una de las cadenas polioxialcoholénicas tenga el mismo -
número de unidades de óxido de alcoholeno, sin embargo,-
teóricamente, si se añaden, por ejemplo, 12 unidades de
20 óxido de alcoholeno, cada una de las cadenas contendría-
4 unidades de óxido de alcoholeno.

La obtención de productos formados totalmente por-
película exige que haya en solución en la viscosa una --
cierta cantidad mínima del aducto de óxido de alcoholeno.
25 Por lo tanto, el aducto de óxido de alcoholeno debe te--
ner solubilidad suficiente para permitir que la mínima -
cantidad del aducto se disuelva en la viscosa. El aducto
puede añadirse convenientemente a la viscosa en forma de
solución en álcali o en agua.

30 La cantidad del aducto que se incorpora en la vis-

258435



5 cosa debe ser, por lo menos, un 0,25% en peso de la celu-
losa en la viscosa y puede variar hasta un 4%; de prefe-
rencia, la cantidad varía de 0,5% a 2% para filamentos -
con denier bajo y de 0,25% a un 1%, aproximadamente, pa-
ra filamentos con denier elevado. Cantidades menores no-
dan lugar a la obtención de productos formados totalmente
por película y cantidades mayores afectan perjudicialmen-
te a las propiedades físicas de los productos. Las canti-
dades dentro del intervalo preferido son las más efica-
ces para mejorar las características y propiedades de --
10 los productos. El aducto de alcohol-hidrazina grasa pue-
de añadirse en la fase de producción de viscosa que se -
desea, por ejemplo, en la preparación de la pulpa de ma-
dera refinada para la fabricación de viscosa, antes o du-
15 rante la fragmentación de la celulosa alcalina, a la ce-
lulosa xantogenada mientras se disuelve en la solución -
cáustica o a la solución de viscosa antes o después de -
la filtración. El aducto se añade, preferentemente, des-
pués de haber disuelto el xantato de celulosa en la solu-
20 ción cáustica y antes de la filtración.

La viscosa puede contener de un 6% a un 8% de celu-
losa, eligiéndose, en particular, el origen de la celulo-
sa según el uso final a que se destine el producto de ce-
lulosa regenerada. El contenido en sosa cáustica puede -
25 hallarse desde un 4% a un 8% y el contenido en disulfuro
de carbono puede estar entre un 30% y un 50% referido al
peso de la celulosa. La viscosa modificada, esto es, una
viscosa que contenga la pequeña cantidad de aducto, pue-
de tener un ensayo de sal superior a 8 aproximadamente y,
30 de preferencia, superior a 10, aproximadamente, en el mo

258435 22



mento del hilado o extrusión. El término "ensayo de sal", tal como se utiliza aquí, se refiere al ensayo usual con cloruro sódico.

5 Con objeto de obtener las mejoras aquí enumeradas-
anteriormente, es esencial que la composición del baño -
de hilado se mantenga dentro de un intervalo bien defini-
do. La presencia de aductos de óxido de alcoholeno en la
viscosa, combinada con estos baños de hilado limitados,-
da lugar a la producción de hilos con propiedades mejora-
10 das, como tenacidad elevada, elevada resistencia al des-
gaste por abrasión, alta resistencia a la fatiga y forma
da por filamentos compuestos totalmente de película.

15 Genéricamente, y en términos de la práctica indus-
trial, el baño de hilado es un baño de baja acidez y ele-
vada concentración de cinc y que contiene de un 10% a un
25% de sulfato sódico y de un 3% a un 15% de sulfato de
cinc, preferentemente de 15% a 22% de sulfato sódico y -
de 4% a 9% de sulfato de cinc. Pueden estar presentes --
otros sulfatos metálicos como los de hierro, manganeso,-
20 níquel y análogos, y pueden sustituir parte del sulfato-
de cinc. La temperatura del baño de hilado puede variar-
de unos 25°C a unos 80°C, preferentemente, entre unos --
45°C y unos 70°C. Para la producción de filamentos del -
tipo constituido todo por película, las temperaturas del
25 baño de hilado no son críticas; sin embargo, como es --
bien sabido en la práctica usual, determinadas propieda-
des físicas como la resistencia a la tracción varían, di-
rectamente con la temperatura del baño de hilado. Así, -
para la producción de filamentos para aplicaciones en cu-
30 biertas de neumáticos como cordoncillo, de acuerdo con -

258435



el método de este invento, el baño de hilado se mantiene, de preferencia, a una temperatura entre unos 55°C y 65°C, con objeto de obtener la resistencia a la tracción elevada que se desee.

5 El contenido en ácido del baño de hilado se equilibra frente a la composición de la viscosa. El límite inferior de la concentración de ácido, según es bien sabido en la práctica, se halla inmediatamente por encima --
10 del punto de abultamiento, esto es, la concentración a la cual aparecen pequeños bultos de viscosa sin coagular en la hebra a medida que deja el baño de hilado. Para --
operaciones comerciales, la concentración de ácido del --
baño de hilado se mantiene, en general, alrededor de 0,4% a 0,5% por encima del punto de abultamiento. Para una --
15 composición específica de viscosa, la concentración de ácido del baño de hilado debe mantenerse por encima del punto de abultamiento y por debajo del punto en el que la neutralización del álcali de la viscosa es suficientemen--
te rápida para formar un filamento que tenga una pelícu--
20 la y un núcleo.

Existe una concentración máxima de ácido para cual
quier determinada composición específica de viscosa más
allá de la cual la neutralización es suficientemente rá--
pida para producir filamentos que tengan película y nú--
25 cleo. Por ejemplo, en general, la concentración en ácido de los baños de hilado que son satisfactorias para la --
obtención de productos formados todo por película a partir de un 7% de celulosa, 6% de viscosa cáustica y que --
contengan los aductos de alcohol-hidrazinas grasas, se --
30 encuentra entre un 5% y un 8%. La concentración de ácido

258435



puede aumentarse a medida que aumenta la cantidad de --
aducto y, asimismo, a medida que aumenta el ensayo de --
sal de la viscosa. Sin embargo, existe un límite supe---
rior de la concentración de ácido basado en la cantidad-
de modificador y en la concentración de álcali en la vis-
5 cosa. Los productos formados todo por película no pueden
obtenerse si la concentración de ácido se aumenta por en-
cima del valor máximo, aunque la cantidad del aducto se-
aumente por encima de un 4%, manteniendo constantes las-
10 otras condiciones. El aumento del contenido en sosa cáus-
tica de la viscosa por encima de un 8%, no es económico-
para los métodos de producción comerciales. Por ejemplo,
una viscosa que contenga un 7% de celulosa, un 6% de so-
sa cáustica, un 41% (referido al peso de celulosa) de di-
15 sulfuro de carbono, 1% (referido al peso de celulosa) de
un aducto de óxido de etileno con monolauril-hidrazina -
que contenga unas 19 unidades de óxido de etileno por mo-
lécula y que dé un ensayo de sal de, aproximadamente, -
11,5, cuando se somete a la extrusión en baños de hilado
20 que contengan 16 a 20% de sulfato sódico, 4 a 8% de sulfa-
to de cinc y no más de un 7,9% de ácido sulfúrico, da lu-
gar a la producción de filamentos formados todos de pelí-
cula. Pueden emplearse cantidades menores de ácido sulfú-
rico. Cantidades mayores de ácido sulfúrico dan lugar a-
25 la obtención de productos que poseen película y núcleo.
Un descenso de la cantidad de aducto, el descenso del --
contenido en sosa cáustica o el descenso del ensayo de -
sal de la viscosa, reduce la concentración máxima de áci-
do permisible para la producción de filamentos formados-
30 totalmente por película. Se ha determinado que la concen-

258435



tración máxima de ácido que es permisible para la obtención de productos formados totalmente por película es -- del 8% aproximadamente.

5 La presencia de los aductos de alcohol-hidrazinas mono-grasas en la viscosa retrasa la coagulación y, por lo tanto, la cantidad de aducto empleada debe reducirse para velocidades elevadas de hilado y para filamentos -- con denier superior o cuerpos más gruesos. Así, para con seguir las características físicas óptimas de una fibra- 10 formada toda por película obtenida de una viscosa como -- la anterior y con una velocidad de hilado de unos 50 me- tros por minuto, el aducto se emplea en cantidades que -- se hallan en la parte inferior del intervalo indicado, -- por ejemplo, un 0,25%. La determinación de la concentra- 15 ción máxima y óptima específica de ácido para una deter- minada viscosa, baño de hilado y velocidad de hilado, se hace por simple experimentación por los prácticos en la- materia. La viscosa sometida a la extrusión debe sumer-- girse o mantenerse, desde luego, en el baño de hilado du- 20 rante un período suficiente para efectuar la coagulación relativamente completa de la viscosa, esto es, la coagu- lación debe ser suficiente para que los filamentos no se adhieran unos a otros cuando se conducen juntos y se sa- can del baño.

25 Para la producción de filamentos para aplicaciones como la fabricación de cordoncillo para neumáticos, los- filamentos deben estirarse preferentemente después de se- pararlos del baño inicial de coagulación y regeneración. Del baño inicial de hilado, los filamentos pueden hacer- 30 se pasar por un baño acuoso caliente que puede estar for-

258435



5 mado por agua caliente o una solución de ácido diluída y pueden estirarse de un 70 a un 120%, de preferencia, entre 85 % y 100 %. Las fibras para otras aplicaciones textiles pueden estirarse tan poco como un 20%. La cantidad exacta de alargamiento dependerá de la tenacidad que se dese y otras propiedades y del tipo específico del producto que se está obteniendo. Si se desea, los filamentos pueden estirarse al aire. Debe entenderse que el invento no se halla limitado a la producción de filamentos y fibras sino que es aplicable, asimismo, a otros artículos con forma como láminas, películas, tubos y similares. Los filamentos pueden hacerse pasar, a continuación, a través de un baño final de regeneración que puede contener de un 1% a un 5% de ácido sulfúrico y de un 1% a un 15 5% de sulfato sódico, con o sin pequeñas cantidades de sulfato de cinc, si la regeneración no se ha completado anteriormente.

20 El tratamiento siguiente al baño final de regeneración o a la operación de estirado cuando la regeneración ha sido completa, puede constar de una fase de lavado, una fase de desulfuración, la aplicación de un material de acabado o plastificado y secado antes o después de recogerlo o puede incluir otras fases que se deseen o usuales, como el blanqueo y análogas. El tratamiento después de la regeneración vendrá impuesto por el tipo específico de cuerpo formado y el uso a que se destine.

25 Los filamentos de celulosa regenerada preparados a partir de viscosa que contenga las pequeñas cantidades de aductos de óxido de alcoholeno con alcohol-hidrazinas mono-grasas, solubles en álcali, hilados en los baños de 30

258435



hilado con un contenido limitado en ácido poseen una superficie lisa o no estriada y están formados esencialmente en su totalidad de película. A causa de la uniformidad de estructura del filamento, las características de hinchado y tejido son uniformes en toda la sección del filamento. Los filamentos producidos según este invento, formados totalmente por película, poseen una elevada tenacidad y una duración a la flexión mayor que los filamentos producidos de acuerdo con los métodos anteriores lo que puede atribuirse a la uniformidad en la estructura de película por todo el filamento. Aunque el torcido de los filamentos usuales como, por ejemplo, para la producción de cuerda para cubiertas de neumáticos, da lugar a una pérdida apreciable de resistencia a la tracción, hay una pérdida apreciablemente menor de resistencia a la tracción en la producción de cuerdas torcidas a partir de filamentos formados totalmente por película. Los filamentos preparados a partir de viscosa que contenga aductos de óxido de alcoholeno con alcohol-hidrazinas mono-grasas poseen una elevada resistencia a la tracción en comparación con los filamentos normales de celulosa regenerada, poseen resistencia al desgaste por abrasión y a la fatiga superior y una elevada duración a la flexión. Dichos filamentos son muy satisfactorios para la producción de cuerdas o cordoncillos para reforzar los productos del caucho como, por ejemplo, cubiertas de neumáticos, aunque los filamentos no se hallan limitados a estos usos y pueden utilizarse en otras aplicaciones textiles.

El invento puede aclararse haciendo referencia a la preparación de filamentos de celulosa regenerada a --



258435

partir de una viscosa que contenga como 7% de celulosa, -
como 6% de sosa cáustica y que tenga un contenido total-
en disulfuro de carbono de un 41% referido al peso de la
celulosa. Las soluciones de viscosa se prepararon xanto-
genando la celulosa alcalina mediante la introducción de
5 un 36% de disulfuro de carbono referido al peso de la ce-
lulosa y batiendo durante unas 2 horas y media. El xanta-
to de celulosa se disolvió a continuación en solución de
sosa cáustica. A continuación, se añadió al mezclador otro
10 5% de disulfuro de carbono y la masa se mezcló durante -
una hora aproximadamente. Se añadió la cantidad deseada-
de un aducto de óxido de etileno con una alcohol-hidrazi-
na grasa a la solución y se mezcló durante media hora --
aproximadamente. La viscosa se dejó entonces madurar du-
15 rante 30 horas a 18°C.

Ejemplo 1

Aproximadamente 0,5% (referido al peso de la celu-
losa) de un aducto de óxido de etileno con mono-lauril -
20 hidrazina que contenía unas 14 unidades de óxido de eti-
leno por molécula se añadió e incorporó a la viscosa, se
gún se describió anteriormente. La viscosa empleada en -
el hilado de filamentos tenía un ensayo de sal de 11,2.
La viscosa se sometió a la extrusión a través de una to-
25 bera formando una fibra de 210 denier, 120 filamentos, a
una velocidad de unos 43 metros por minuto. El baño de -
coagulación y regeneración se mantuvo a una temperatura-
de unos 60°C y contenía 7,5% de ácido sulfúrico, 7,8% de
sulfato de cinc y 18% de sulfato sódico. La fibra se es-
30 tiró un 75% mientras pasaba a través de un baño de agua-

258435



caliente a 95°C. La fibra se recogió en una cámara de --
hilado, se lavó para eliminar los ácidos y sales y se se
có.

5 Los filamentos individuales tenían una superficie-
exterior lisa, sin estriar y estaban formados totalmente
por película, no pudiendo detectarse núcleos con gran au-
mento (por ejemplo, 1.500 x). Los filamentos de una fibra
de control hilada con la misma viscosa pero sin la adi-
10 ción del agente modificador e hilados en las mismas con-
diciones, presentaban una superficie muy irregular y den-
tada y estaban compuestos de un 90% de película y el res-
to de núcleo con una clara línea de demarcación entre pe-
lícula y núcleo. Otras propiedades físicas se indican en
la tabla que sigue a los ejemplos.

15 Ejemplo 2

Una solución de viscosa de la misma composición y-
ensayo de sal, pero que contenía un 1% de un aducto de --
óxido de etileno con monolauril-hidrazina, que compren-
20 día aproximadamente 14 unidades de óxido de etileno por-
molécula, se hiló en el baño de hilado del ejemplo 1, --
formando una fibra de 40 filamentos, 320 denier, con una
velocidad de hilado de unos 25 m por minuto. Los filamen-
tos se estiraron aproximadamente un 57% en el baño de --
25 agua caliente.

Los filamentos individuales tenían una superficie-
exterior lisa, sin estriar y estaban formados totalmente
por núcleo. Los filamentos de una fibra de control pre-
sentaban una superficie muy irregular y estriada y esta-
30 ban compuestos de un 80% de película y el resto de nú--



238435

cleo, con una clara línea de demarcación entre la película y el núcleo.

Ejemplo 3

5 A una viscosa como la descrita anteriormente se le
añadió 0,5% de un aducto de óxido de etileno con monolauril-hidrazina, que contenía unas 19 unidades de óxido de etileno por molécula. La viscosa dió un ensayo de sal de 11,6 y se hiló dando una fibra de 120 filamentos, 205 de
10 nier, por extrusión en un baño de hilado que contenía --
7,9% de ácido sulfúrico, 8% de sulfato de cinc y 19% de sulfato sódico. El baño se mantuvo a 60°C y la velocidad de extrusión fué de unos 22 m por minuto. Los filamentos se hicieron pasar a continuación a través de un baño de
15 agua caliente a 95°C y se estiraron un 82%. La fibra se recogió en una cámara de hilado, se lavó para eliminar --
ácidos y sales y se secó.

 Los filamentos individuales podían distinguirse fácilmente de los filamentos de control porque tenían una
20 superficie lisa, sin estriar, y estaban formados totalmente de película, mientras que los filamentos de control tenían una superficie muy irregular y estriada y estaban formados de un 90% de película y el resto de núcleo,
25 con una clara línea de demarcación entre la película y el núcleo. Otras propiedades físicas se indican en la tabla que sigue a los ejemplos.

Ejemplo 4

30 La solución de viscosa del ejemplo 3 se hiló con el mismo ensayo de sal y en las mismas condiciones indi-

258435



cadras en el ejemplo 3, excepto que la velocidad de extrusión fué de 44 m por minuto y la fibra se estiró el 74%.

5 Los filamentos individuales, como los del ejemplo 3, tenían superficies lisas, sin estriar, y estaban formados totalmente de película. Se diferenciaban de los del ejemplo 3 por tener valores más bajos de la tenacidad y alargamiento.

Ejemplo 5

10 Se repitió el ejemplo 3, excepto que la viscosa -- contenía un 1%, referido al peso de celulosa, del aducto de óxido de etileno, con monolaurilhidrazina y la viscosa tenía un ensayo de sal de 11,4.

15 Los filamentos individuales, como los del ejemplo 3, tenían superficies lisas, sin estriar y estaban formados totalmente de película. Las otras propiedades físicas fueron, aproximadamente, las mismas que las de los filamentos del ejemplo 3.

Ejemplo 6

20 Como control para los ejemplos anteriores, una solución de viscosa preparada según se describió anteriormente, que daba un ensayo de sal de 11,2, se hiló dando un hilo de 120 filamentos, 210 denier, por extrusión en un baño que contenía 7,5% de ácido sulfúrico, 7,8% de -- sulfato de cinc y 18% de sulfato sódico. El baño se mantuvo a una temperatura de unos 60°C. La velocidad de extrusión fué de unos 22 m por minuto. El baño de agua se mantuvo a una temperatura de unos 95°C y los filamentos--
30 se estiraron un 82% al pasar a través del agua caliente.

258435



La fibra se recogió en una cámara de hilado, se eliminaron el ácido y sales por lavado y se secó.

Los filamentos individuales tenían una superficie muy irregular y estriada y estaban formados por un 90% de película y el resto de núcleo, con una clara línea de demarcación entre la película y el núcleo. Otras características se indican en la tabla que sigue:

	Tenacidad gramos por denier		Alargamiento %		Película
	húmedo	seco	húmedo	seco	
Ejemplo 1	1.9	2.8	26	20	100%
Ejemplo 2	1.7	2.7	24	23	100%
Ejemplo 3	2.8	3.4	32	24	100%
Ejemplo 4	1.9	2.8	24	20	100%
Ejemplo 5	2.7	3.5	32	24	100%
Ejemplo 6 (control)	2.6	3.3	32	23	90%

Aunque la tenacidad y el alargamiento son las únicas propiedades indicadas, han sido elegidas a causa de la facilidad y simplicidad con que pueden determinarse dichas propiedades. En algunos casos, los productos preparados de acuerdo con este invento no presentan mejoras apreciables en la tenacidad y alargamiento y, en algunos casos, presentan una disminución de los valores de estas propiedades; sin embargo, los productos constan de una estructura con superficie lisa, formados totalmente de película y poseen una resistencia al desgaste por abrasión mejorada, duración a la flexión y otras propiedades, según se describió aquí anteriormente.

Una de las propiedades del rayón de viscosa que ha limitado sus aplicaciones es el hinchamiento relativamente elevado de su sección cuando se moja con agua, ascendiendo este hinchamiento hasta un 65% a 80%, aproximada-

258435



mente, para el rayón producido por los métodos usuales. Los filamentos de rayón, producidos de acuerdo con el método de este invento, poseen características de hinchamiento de su sección apreciablemente inferiores, ascendiendo el hinchamiento a un 45% a 60%.

5

Si se desea, pueden añadirse al baño de hilado pequeñas cantidades de los aductos del óxido de alcoholeno. Como los materiales son, asimismo, solubles en agua, parte del aducto puede lixivarse de los filamentos y se hallará presente en el baño.

10

Los aductos de óxido de alcoholeno pueden añadirse a cualquier viscosa que se desee, como las utilizadas normalmente en la industria, siendo la composición de viscosa específica indicada anteriormente simplemente con fines ilustrativos. El aducto puede añadirse en cualquier fase que se desee en la producción de la viscosa y puede hallarse presente en la materia prima celulósica, aunque puede ser necesario ajustar la cantidad presente para producir una viscosa que tenga las proporciones adecuadas de aducto en el momento del hilado.

15

20

El término película se emplea para designar aquella porción de los filamentos de celulosa regenerada que se tiñe o colorea permanentemente mediante el procedimiento siguiente: Se toma una sección de microtomo de uno o más de los filamentos montados en un bloque de cera y se monta en una placa con fijativo de albúmina de Meyer. Después de eliminar la cera en xileno, la sección se coloca en baños sucesivos con 60% y 30% de alcohol durante unos momentos en cada uno y, a continuación, se tiñe con solución acuosa al 2% de Victoria Blue BS conc.

25

30

258435



(General Dyestuffs Corp.) durante una a dos horas. En este momento, toda la sección es azul. Enjuagando la sección primeramente con agua destilada y, a continuación, con uno o más baños compuestos de un 10% de agua, 90% de dioxano, durante un período que varía de 5 a 30 minutos, dependiendo del filamento particular, el colorante se elimina completamente del núcleo, dejándolo limitado a las zonas de película.

Aunque se han descrito formas preferidas de realización del invento, se pretende que la descripción sea aclaratoria y debe entenderse que pueden realizarse cambios y variaciones sin salirse del espíritu y límites del invento, tal como se define por las reivindicaciones adjuntas.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

12.- Un método de producir cuerpos con forma de celulosa regenerada, consistentes sustancialmente por completo en película, caracterizado por someter a extrusión viscosa que contiene una pequeña cantidad, preferiblemente desde 0,25% a 4% aproximadamente referido al peso de la celulosa en la viscosa, de un aducto de óxido de alcoholileno soluble en álcali de una alcoholhidrazina monograsa que contiene por lo menos unas 10 unidades de, óxido-

258435



5 de alcoholeno por molécula de alcoholhidrazina monograsa dentro de un baño de hilatura acuoso que contiene desde 10 a 25% aproximadamente, y con preferencia 16 a 20% -- aproximadamente de sulfato sódico, desde 3 a 15% aproximadamente, con preferencia desde 4 a 9% aproximadamente de sulfato de zinc y ácido sulfúrico, excediendo el contenido en ácido sulfúrico del baño de hilatura del punto de formación de nudos pero estando por debajo de la concentración a la cual la neutralización de la sosa caústica de la viscosa es suficientemente rápida para producir
10 cuerpos con forma que consisten en película y núcleo.

22.- Un método según el punto 12, caracterizado -- porque dicho aducto se añade a y se incorpora en la viscosa y la viscosa se madura hasta un punto salino de cloruro de sodio de no menos de unos 9 antes de ser expulsada dentro de dicho baño de hilatura acuoso.
15

32.- Un método según los puntos 12 o 22, caracterizado porque dicho aducto contiene desde 14 a 30 aproximadamente de unidades de alcoholeno por molécula de la hidrazina.
20

42.- Un método según cualquiera de los puntos 12 a 32, caracterizado porque dicho aducto es un aducto de -- óxido de etileno.

52.- Un método según cualquiera de los puntos 12 a 42, caracterizado porque los radicales alcohólicos monograsos se derivan de los ácidos grasos del aceite de coco.
25

62.- Un método según el punto 42, caracterizado -- porque el aducto es un aducto de óxido de etileno de hidrazina monolaurílica.
30

258435



72.- Método según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el contenido en ácido sulfúrico del baño de hilatura no excede de 8% aproximadamente.

82.- Un método de producir cuerpos con forma de celulosa regenerada.

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

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

Madrid, 24 ABO. 1960

Alfonso de Elcano