

P.- 19.727

SH. 7015/BB 4444



258752

258752

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 8 de Junio de 1960, con el núm. 258752

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años,

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

"UN METODO DE PRODUCIR CUERPOS CONFORMADOS DE CELULOSA REGENERADA".

Este invento se refiere a la producción de cuerpos formados de celulosa regenerada a partir de viscosa, y más particularmente a filamentos y fibras de celulosa regenerada a partir de viscosa.

258752



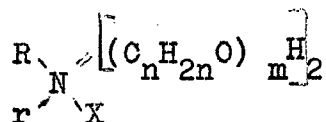
Los cuerpos formados de celulosa regenerada a partir de viscosa, tal como filamentos, obtenidos por métodos corrientes, están constituidos por una piel o porción de vaina externa y una porción grande de núcleo, con una línea neta de demarcación entre ambas. La sección transversal de los filamentos presenta una superficie exterior muy irregular o dentada, cuando hay presentes en el baño de hilado incluso pequeñas cantidades de sales de cinc o de algunas otras sales metálicas polivalentes. Las porciones de piel y núcleo del filamento representan diferencias estructurales, y estas diferentes porciones poseen características diferentes de hinchamiento y tinción, permitiendo estas últimas una identificación fácil de piel y núcleo. La estructura superficial netamente irregular y dentada tiene una resistencia a la abrasión relativamente baja y retiene fácilmente partículas extrañas, tal como suciedad. Aunque la porción de núcleo posee una resistencia a la tracción relativamente elevada, tiene una baja resistencia a la abrasión y una vida de flexión pequeña, está sujeta a fibrilación y es relativamente rígida.

Se ha descubierto ahora que la presencia en la viscosa de pequeñas cantidades de ciertos compuestos de amonio cuaternarios da como resultado la producción de cuerpos formados de celulosa regenerada, tal como filamentos, películas, hojas y análogos, que tienen una proporción mejorada o incrementada de piel y, bajo ciertas condiciones específicas de tratamiento, dan como resultado productos compuestos sustancialmente de piel en su totalidad. Se obtienen productos con propiedades y características mejoradas, con tal que la cantidad del compuesto de amonio cuaternario se man-

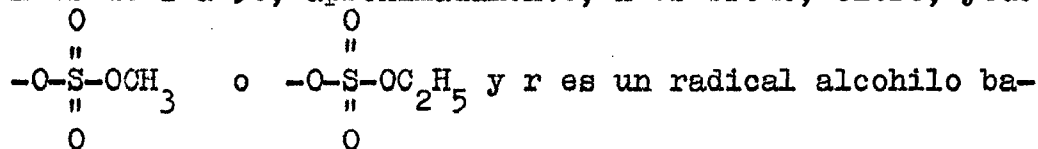


tenga dentro de ciertos límites y la composición del baño de hilado se mantenga dentro de ciertos límites de composición, que se definirán más adelante. Las características más fácilmente distinguibles en comparación con los filamentos corrientes, incluyen una superficie uniforme no -- dentada, y los filamentos están constituidos por lo menos de 70 % de piel, y en muchos casos sustancialmente de -- piel por completo.

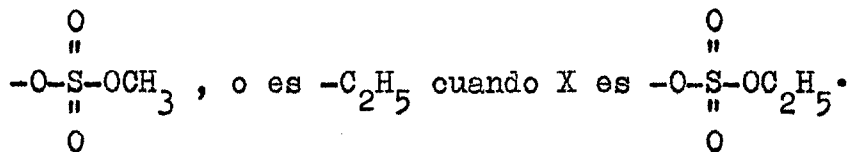
Este invento tiene por objeto el uso de compuestos de amonio cuaternario que tienen la fórmula general



donde R es una cadena normal de hidrocarburo o cadena alifática elevada, de 8 a 18 átomos de carbono, n es 2 ó 3, m es de 2 a 50, aproximadamente, x es bromo, cloro, yodo



jo o radical hidroxialcohilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono cuando r es bromo, cloro o yodo, o es $-\text{CH}_3$, cuando X es



Estos compuestos pueden derivar de una amina grasa primaria (amina alifática elevada) o de una alcohol-amina primaria baja. La amina puede ser relativamente pura, por ejemplo, capril-, lauril-, estearil-, metil-, etil-, o butil-amina. O también, pueden usarse aminas grasas o aminas alifáticas elevadas disponibles en el comercio, tal --

258752



como los productos denominados Armeens, de la casa Armour & Company, que se obtienen a partir de aceites y grasa -- animales y vegetales, tal como aceite de nuez de coco, -- aceite de semilla de algodón, aceite de maiz, aceite de --
5 soja, aceites de palma, aceite de cacahuete, sebo y análogos y las grasas y aceites hidrogenados. Dichas aminas -- grasas están constituidas por una mezcla de aminas de cadenas hidrocarbonadas normales largas o cadenas alifáticas elevadas de los ácidos grasos obtenidos a partir de --
10 la grasa o aceite particular, teniendo las cadenas el mismo número de átomos de carbono que los ácidos grasos de donde proceden. Así, por ejemplo, un producto amina grasa derivado de aceite de nuez de coco, estará constituido -- por una mezcla de aminas grasas en las que las aminas individuales tienen radicales alifáticos altos de 8 a 18 --
15 átomos de carbono, con las aminas individuales en una distribución que corresponde a la distribución de los ácidos grasos de aceite de nuez de coco. Para este producto específico de amina grasa, la laurilamina constituiría aproximadamente 50 % de la mezcla.

La amina primaria, tal como laurilamina, metilamina o una amina alifática elevada comercial, se hace reaccionar con un óxido de alquileo, por ejemplo, óxido de etileno u óxido de propileno, para formar un aducto de --
25 óxido de alquileo de la amina, o una amina terciaria. Como es lógico, para todas las aplicaciones prácticas en las que entre en consideración el coste, la facilidad de preparación, la disponibilidad comercial y la solubilidad en agua y soluciones alcalinas, tal como una solución alcalina al 6 %, se prefieren los aductos de óxido de etile



258752

no o las aminas que tengan dos grupos polioxietileno-
glicol. Según esto, el invento se ilustrará con refe-
rencia a los aductos de óxido de etileno. Para los fi-
nes de este invento, son completamente satisfactorias
5 las aminas terciarias de este tipo que se encuentran
en el comercio, tal como los productos denominados --
Ethomeens, de la casa Armour & Company.

El contenido de polioxialquileno o polioxieti-
leno de los aductos o aminas puede variar desde un --
10 promedio de, aproximadamente, 4 a 100 o más unidades -
de óxido de etileno por molécula de amina, contienien-
do los materiales preferidos desde 5, aproximadamente,
a 30, aproximadamente, unidades de óxido de etileno.
No es esencial que todos los grupos polioxietilenogli-
15 col tengan la misma longitud; por ejemplo, una amina
terciaria puede tener 7 unidades de óxido de etileno
por molécula y pueden estar distribuidas como 1:6, --
2:5 ó 3:4, predominando probablemente ésta última dis-
tribución.

20 El aducto de óxido de alquileno de la amina -
o la amina terciaria se convierte en un haluro de --
amonio cuaternario, por ejemplo, haciendo reaccionar
la amina terciaria con un haluro de alcoholo, tal co-
mo un bromuro, cloruro o yoduro. En los casos en que
25 la amina contiene una cadena hidrocarbonada larga o
radical alifático elevado, se hace reaccionar la ami-
na con un haluro de alcoholo bajo; por ejemplo, bro-
muro de metilo, bromuro de etilo, un cloruro de pro-
pilo, un yoduro de butilo o análogo. Cuando la amina
30 contiene un radical alcoholo bajo, se hace reaccionar
la amina con un haluro alifático elevado, tal como -



cloruro de laurilo, bromuro de miristilo, o con una mezcla de haluros alifáticos elevados, en la que, por ejemplo, los radicales alifáticos proceden de una grasa o aceite. Dan resultado completamente satisfactorio los compuestos cuaternarios de esta clase disponibles en el comercio, tal como los denominados Ethoquads (antes conocidos con el nombre de Arquads) de la casa Armour & Company. O bien, puede hacerse reaccionar la amina terciaria, por ejemplo, con etilenoclorhidrina para formar el compuesto de hidroxialcoholamonio alifático, elevado. Los radicales sulfatos pueden introducirse por reacción de la amina terciaria con un sulfato de dialcoholo, por ejemplo, sulfato de dimetilo.

La obtención de productos todo piel requiere que haya en solución en la viscosa ciertas cantidades mínimas de los compuestos de amonio cuaternarios, y la sustancia tiene que tener suficiente solubilidad en álcali, con lo cual puede disolverse en la viscosa dicha cantidad mínima. Los compuestos de amonio cuaternarios pueden añadirse convenientemente a la viscosa en forma de una solución en álcali o en agua.

La cantidad del compuesto de amonio cuaternario que se incorpora en la viscosa tiene que ser, por lo menos, de 0,5 %, aproximadamente, en peso, de la celulosa contenida en la viscosa, y puede variar hasta 4 %, aproximadamente, variando esta cantidad, preferiblemente, desde 0,75 % a 2,5 %: Las cantidades menores no conducen a la obtención de productos que tengan, por lo menos, 70 %, aproximadamente, de piel y las cantidades mayores influyen de modo desfavorable en las propiedades físicas

258752



de los productos. Las cantidades comprendidas dentro de los límites preferidos son las de máxima eficacia para mejorar las características y las propiedades de los productos. El compuesto de amonio cuaternario puede añadirse en cualquier fase que se desee en la producción de la viscosa, por ejemplo, en la preparación de la pulpa de madera refinada para la fabricación de viscosa, antes o durante el desmenuzamiento de la álcalicelulosa, a la celulosa xantatada mientras se está disolviendo en la solución alcalina, o a la solución de viscosa antes o después de la filtración. Los compuestos de amonio cuaternarios se añaden preferiblemente después de que el xantato de celulosa se ha disuelto en la solución alcalina y antes de la filtración.

La viscosa puede contener desde 4 %, aproximadamente, hasta 9 %, aproximadamente, de celulosa, escogiéndose la fuente particular de la celulosa según el uso final a que haya de destinarse el producto de celulosa regenerada. El contenido de sosa caústica puede ser desde 4 %, aproximadamente, hasta 11 %, aproximadamente, y el contenido de sulfuro de carbono puede ser desde 30 %, aproximadamente, hasta 60 %, aproximadamente, calculado con relación al peso de la celulosa. La viscosa modificada, es decir, una viscosa que contiene la pequeña cantidad mencionada del compuesto de amonio cuaternario, puede tener un índice en el ensayo salino con cloruro sódico por encima de 7, aproximadamente, y preferiblemente de 9 o más, en el momento del hilado o la extrusión. El ensayo salino es una indicación de la cantidad de sulfuro de carbono añadida a la viscosa y del grado de maduración. El índice del ensayo salino es la concentración mínima por ciento, de solución



de cloruro sódico a 18° C., que se necesita para coagular 3 gotas de viscosa. Se determina dejando gotear la viscosa en un vaso de precipitados que contiene aproximadamente 40 cc. de solución de cloruro sódico a 18° C. mientras se
5 agita. Se continua la agitación durante 90 segundos después de haber añadido la última gota de viscosa.

Para conseguir los mejoramientos arriba mencionados y, particularmente para conseguir filamentos todo piel, o sustancialmente todo piel con sus ventajas correspondientes
10 se ha encontrado que, además del modificador del compuesto amónico, son importantes la cantidad de sulfuro de carbono empleada en la preparación de la viscosa y la concentración de ácido y de sales de cinc en el baño de hilado. La presencia del modificador de este invento en una viscosa de -
15 contenido de sulfuro de carbono requerido, combinado con estos baños de hilado, da como resultado la producción de filamentos de propiedades mejoradas, tal como alta tenacidad, gran resistencia a la abrasión, gran resistencia a la fatiga, y constituidos por filamentos compuestos sustancialmente
20 te o totalmente de piel.

Al poner en práctica el presente invento, el sulfuro de carbono añadido en la preparación de la viscosa, debe ser, por lo menos, 30 % calculado con relación al contenido de celulosa completamente seca, y preferiblemente del orden de 35
25 % a 50 %.

Igualmente, de un modo genérico y expresado en los términos de la técnica industrial el baño de hilado empleado en la práctica del presente invento es un baño de hilado con poco ácido y mucho cinc. Dichos baños contienen generalmente desde 10%, aproximadamente, a 25%, aproximadamente,
30

258752



de sulfato sódico, y desde 3 % aproximadamente, hasta 15 %, aproximadamente, de sulfato de cinc, preferiblemente desde 15 % a 22 % de sulfato sódico y desde 5 a 12 % de sulfato de cinc. Puede haber presentes otros sulfatos de metales tales como hierro, manganeso, níquel y análogos, y pueden reemplazar parte del sulfato de cinc. La temperatura del baño de hilado puede variar desde 25° C., aproximadamente, a 80° C., aproximadamente, aunque, a las temperaturas más bajas, no pueden usarse las concentraciones mayores de sulfato sódico, a causa de la dificultad de la solubilidad. Sin embargo, a las temperaturas preferidas, comprendidas entre 45° C., aproximadamente y 70° C., aproximadamente, la solubilidad no es problema. En la producción de filamentos de tipo toda piel, la temperatura del baño de hilado no es crítica. Sin embargo, según es bien sabido en la práctica corriente de esta técnica, algunas de las propiedades físicas, tal como la resistencia a la tracción, son afectadas por la temperatura del baño de hilado. Así, por ejemplo, en la preparación de filamentos para empleos en cuerda de neumático según el método de este invento, el baño de hilado se mantiene preferiblemente a una temperatura comprendida entre unos 55° C. y 65° C., de manera que se obtenga la elevada resistencia a la tracción deseada.

El contenido ácido del baño de hilado está equilibrado frente a la composición de la viscosa. El límite inferior de la concentración ácida, según se sabe en esta técnica, está justamente por encima del punto de formación de nudos es decir, la concentración a la cual aparecen pequeños nudos de viscosa sin coagular en la hebra cuando sale del baño de hilado. Aunque, para cualesquiera condiciones de hilado dadas, se



obtendrá un porcentaje de piel sustancialmente mayor median-
te el uso de los modificadores del presente invento, para con-
seguir un hilo todo piel, el contenido de sulfuro de carbono
de la viscosa debe ser preferiblemente de 35 %, por lo menos,
5 calculado con relación a la celulosa seca. Igualmente, el con-
tenido ácido del baño de hilado no debe pasar, preferiblemen-
te de 8,5%, aproximadamente, mientras que el sulfato de cinc
debe estar comprendido, preferiblemente, entre los límites de
5 % y 12%, aproximadamente. Sin embargo, frecuentemente, en
10 la práctica comercial del hilado, conviene tener un contenido
ácido algo mayor en el baño de hilado. Se ha encontrado que
pueden usarse contenidos ácidos mayores para cualquier canti-
dad determinada de modificador y obtener todavía filamentos
de cantidad excepcionalmente alta de piel y filamentos todo
15 piel, si el contenido de sulfuro de carbono de la viscosa se
aumenta y se mantiene el contenido de sulfato de cinc del ba-
ño en un nivel razonablemente alto, tal como por encima de 8,0
%. Así, pues, incluso aunque en la práctica del presente in-
vento para la obtención de productos todo piel, se prefiere
20 generalmente que la concentración ácida del baño no exceda de
8,5%, se obtendrán productos todo piel a concentraciones áci-
das mayores que pueden llegar hasta 11%, aproximadamente, si el
contenido de sulfuro de carbono de la viscosa se aumenta sufi-
cientemente y el sulfato de cinc del baño de hilado no es apre-
25 ciablemente inferior a 8,0 %. Como es natural, el aumento de
la cantidad de modificador, dentro de los límites especifica-
dos, permite también, hasta cierto punto, el uso de concentra-
ciones ácidas mayores en el baño de hilado. Puede decirse, co-
mo regla general, al poner en práctica el presente invento con
30 los modificadores indicados anteriormente, que, si se tropie-
za con dificultad al obtener un producto piel 100% a causa de
que se desea usar un baño de hilado que tenga un contenido -

258752



5 ácido mayor de 8,5%, puede vencerse esta dificultad u obtenerse productos con mucha piel, utilizando una viscosa con contenido mayor de sulfuro de carbono, y aumentando el contenido de sulfato de cinc del baño dentro de los límites señalados.

10 Aunque puede usarse una terminología diferente para indicar el punto en el cual la viscosa está suficientemente coagulada para permitir la retirada uniforme de la hilera, para los fines de la presente solicitud, se utilizará la denominación punto de formación de nudos. Esta concentración menor de ácido se determina fácilmente por los expertos en esta técnica, observando los filamentos según se forman y no ejerce ninguna influencia particular sobre la obtención de productos con mucha piel o todo piel, en la práctica del presente invento. En general, el límite inferior necesario de ácido sulfúrico para dar coagulación suficiente para el hilado, por ejemplo con una viscosa que contenga 7% de celulosa y 6% de álcali, es aproximadamente 6%. Esto puede expresarse de otra manera diciendo que una concentración de ácido de 20 6 % aproximadamente, está ligeramente por encima del "punto de formación de nudos. Es evidente que para viscosa con contenido mayor de álcali, se necesitaría una concentración ácida ligeramente mayor, debido al efecto neutralizante parcial del álcali incrementado.

25 De lo dicho anteriormente, se desprende claramente que existe una concentración ácida máxima para cada composición específica de viscosa de contenido determinado de sulfuro de carbono, pasada la cual no se obtendrán productos sustancialmente todo piel con los modificadores presentes. También se 30 desprende claramente que esta concentración ácida máxima pue-

258752



de aumentarse algo mediante el uso de concentraciones mayores de sulfato de cinc en el baño de hilado y aumentando el contenido de sulfuro de carbono de la viscosa. Por ejemplo, en general, la concentración ácida de los baños de hilado

5 que son satisfactorios para la producción de productos todo piel y sustancialmente todo piel a partir de una viscosa con 7% de celulosa, 6% de álcali, 35% de sulfuro de carbono, que contenga los modificadores arriba mencionados, está comprendida entre 5%, aproximadamente y 7,7% aproximadamente. La

10 concentración ácida puede aumentarse a medida que aumenta la cantidad de modificador y también a medida que aumenta el índice salino de la viscosa. Sin embargo hay un límite superior para la concentración ácida basado en la cantidad de modificador y en la concentración de álcali contenido en la viscosa.

15 No pueden obtenerse productos todo piel, si se aumenta el contenido ácido del baño por encima del valor máximo, incluso aunque la cantidad de modificador añadida se aumente hasta llegar a 4%, mientras se mantienen constantes otras condiciones. Por ejemplo, una viscosa que contenga aproximadamente

20 7% de celulosa, aproximadamente 6% de sosa caústica, aproximadamente 35 % de sulfuro de carbono, calculado con relación a la celulosa seca, y 1 % de un producto de cloruro de amonio cuaternario (R deriva de aceite de nuez de coco, n es 2, m es 7, r es metilo y X es cloro) y que tenga un índice

25 salino de 9, aproximadamente, cuando se extruye en los baños de hilado que contienen de 16 a 20 % de sulfato sódico, de 4 a 8% de sulfato de cinc y ácido sulfúrico de concentración no más de 7,7 %, aproximadamente, da como resultado la producción de filamentos todo piel. Pueden emplearse cantidades

30 menores de ácido sulfúrico. Las cantidades mayores de ácido conducen a la obtención de productos que tienen piel

258752



y núcleo. A concentraciones ácidas por encima de 8,5 %, la piel comprende generalmente menos de 70 %, aproximadamente, del filamento. Sin embargo, aumentando el contenido de sulfuro de carbono a 45%, y aumentando el contenido de sulfato de cinc del baño de hilado ácido a 10 %, aproximadamente, puede aumentarse la concentración ácida del baño de hilado hasta 10 % y pueden obtenerse resultados análogos. Se ha determinado que el contenido ácido permisible máximo del baño es aproximadamente 0,25 veces el sulfuro de carbono de la viscosa, basado sobre la celulosa seca, y se mantiene preferiblemente entre 0,20 y 0,22 veces, aproximadamente, el contenido de sulfuro de carbono de la viscosa. También se prefiere generalmente que el contenido ácido del baño de hilado no exceda de 1,35 veces, aproximadamente, el contenido de sosa cáustica de la viscosa.

La presencia del haluro de amonio cuaternario en la viscosa retarda la coagulación y, por consiguiente, la cantidad de modificador empleada tiene que reducirse a velocidades de hilado altas. Así, para características físicas óptimas de un hilo todo piel o con mucha piel formado a partir de una viscosa como se ha indicado arriba, y a una velocidad de hilado de unos 50 metros por minuto, el modificador se emplea en cantidades del orden de la parte inferior del límite, por ejemplo, aproximadamente 0,75% a 1%. La determinación de la concentración máxima y óptima específicas de ácido para cada viscosa baño de hilado y velocidad de hilado específicos, es una cuestión de simple experimentación para los expertos en esta técnica. Como es natural, la viscosa extraída tiene que introducirse o mantenerse en el baño de hilado durante un período suficiente para efectuar la coa-

258752



gulación relativamente completa de la viscosa, es decir, la coagulación tiene que ser suficiente para que los filamentos no se adhieran entre sí cuando se juntan y sacan del baño.

En la producción de filamentos para aplicaciones, tales como la fabricación de cuerda de neumáticos, los filamentos se estiran preferiblemente después de la retirada -
5 del baño regenerante y coagulante inicial. Desde el baño de hilado inicial, los filamentos pueden hacerse pasar por un baño acuoso caliente, que puede estar constituido por agua caliente o una solución ácida diluida, y pueden esti-
10 rarse desde 70% aproximadamente hasta 120%, aproximadamente preferiblemente entre 80% y 100%. Los hilos para otras apli-
caciones textiles pueden estirarse tan poco como 20%. La cantidad exacta de estiramiento dependerá de la tenacidad y de otras propiedades deseadas y del tipo específico de
15 producto que se está obteniendo. Si se desea, los filamentos pueden estirarse en aire. Se sobrentenderá que el invento no se limita a la producción de filamentos e hilos, sino que es aplicable también a otros cuerpos formados, ta-
les como hojas, películas, tubos y análogos. Los filamen-
20 tos pueden hacerse pasar luego por un baño regenerante final, que puede contener desde 1%, aproximadamente, hasta 5 %, aproximadamente, de ácido sulfúrico, y desde 1 %, apro-
ximadamente, hasta 5 %, aproximadamente, de sulfato sódico, con o sin pequeñas cantidades de sulfato de cinc, si no se
25 ha completado previamente la regeneración.

El tratamiento que sigue al baño regenerante final o la operación de estiramiento cuando se ha completado la regeneración, puede consistir en una operación de lavado, una operación de desulfuración, la aplicación de un mate-
30 rial de acabado o plastificante, y el secado antes o después de la recogida o puede incluir otras operaciones con-

258752



venientes y corrientes, tal como blanqueo y análogas. El tratamiento después de regeneración estará dictado por el tipo específico de cuerpo formado y el uso a que haya de destinarse.

5 Los filamentos de celulosa regenerada preparados a partir de viscosa que contiene las pequeñas cantidades mencionadas de los compuestos de amonio cuaternarios e hilados en los baños de hilar de contenido limitado de ácido, tienen una superficie uniforme o no dentada y están constituídos sustancialmente por completo de piel o tienen una gran proporción de piel. A causa de la uniformidad de estructura en la totalidad del filamento todo piel, las características de hinchamiento y tinción son uniformes en toda la sección transversal del filamento. Los filamentos producidos de acuerdo con este invento y constituídos totalmente de piel tienen una tenacidad elevada y mayor vida a la flexión que los filamentos que hasta ahora se venían produciendo por los métodos anteriores, lo cual puede atribuirse a la uniformidad en la estructura piel en todo el filamento.

10
15
20 Aunque el torcido de filamentos corrientes, tal como en la producción de cuerda de neumático, da como resultado una pérdida apreciable de resistencia a la tracción, hay -- una pérdida de resistencia a la tracción apreciablemente menor en la producción de cuerdas torcidas a partir de los filamentos. Los filamentos preparados con viscosa que contiene los compuestos de amonio cuaternarios tienen una elevada resistencia a la tracción en comparación con los filamentos de celulosa regenerada normales, tienen características mejores de resistencia a la fatiga y la abrasión, y una vida de flexión prolongada. Dichos filamentos son muy

258752



satisfactorios para la producción de cuerdas para el reforzamiento de productos de caucho, tal como las cubiertas de neumáticos, pero los filamentos no están limitados a tales usos y pueden emplearse para otras aplicaciones textiles.

5 El invento se ilustra con referencia a la preparación de filamentos de celulosa regenerada, a partir de viscosa que contenga 7,4 % de celulosa 6,6 % de sosa cáustica, y con un contenido total de sulfuro de carbono de 36%. Las soluciones de viscosa se prepararon por xantatación de álcalice-
10 lulosa por introducción de 36% de sulfuro de carbono, calculado con relación al peso de la celulosa, y batido durante unas 2 horas y media. El xantato de celulosa se disolvió luego en solución de sosa cáustica. La viscosa se dejó después madurar durante unas 30 horas a 18° C. En los casos en
15 que se incorporó un modificador en la viscosa, se añadió la cantidad señalada a la viscosa y se mezcló durante media hora, aproximadamente, antes de dejar madurar la viscosa. El modificador de compuesto de amonio cuaternario era una mezcla de cloruros elevados de amonio alifáticos, de metilo, di-
20 polioxietilenoglicol en la que los compuestos de las cadenas hidrocarbonadas normales se obtuvieron a partir de aceite de coco y el contenido de óxido de etileno era de 14 unidades, por término medio, por molécula.

La viscosa se extruyó por una hilera para formar hilos
25 de 200 deniers, 100 filamentos. El baño regenerante y coagulante se mantuvo a una temperatura de unos 60° C. El hilo se hizo pasar sobre un rodillo desde donde se condujo a través de un baño de agua caliente mantenido a unos 95° C. Durante el paso por el baño de agua caliente, se estiraba el hilo.
30 Después se recogía el hilo en una caja de hilado, se lavaba



258752

hasta quedar libre de ácido y sales, y se secaba.

Los filamentos individuales formados a partir de la viscosa modificada tenían una superficie exterior uniforme no dentada, y los que tenían piel y núcleo, mostraban un límite difuso entre la piel y el núcleo. Los filamentos de control tenían una línea neta de demarcación entre la piel y el núcleo y una superficie netamente dentada. Otras características se indican en la tabla siguiente.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
EJEMPLO																	
% Modificador	0	0.5	1	0.5	1	0	0.5	1	0	0.5	1	0	0.5	1	0	0.5	1
Ensayo salino de viscosa	10.2	9.6	9.6	9.6	9.6	10.2	10.4	10.3	10.2	10.4	10.3	8.9	9.1	9.4	9.3	9.7	9.8
Baño de hilado-60º C.																	
% H ₂ SO ₄	7.1	7.7	7.9	8.8	8.7	7.1	7.1	7.1	8	8	8	7.7	7.7	7.7	8.3	8.3	8.3
% ZnSO ₄	5.2	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
% Na ₂ SO ₄	18	19	19	19	19	18	18	18	18	18	18	17	17	17	17	17	17
Baño de estiramiento-95º C																	
% estiramiento	82	82	82	74	74	82	82	82	74	74	74	82	82	82	74	74	74
Velocidad de hilado (1)	22	22	22	43	43	22	22	22	43	43	43	22	22	22	43	43	43
Tenacidad: húmedo (2)	2.4	2.3	2.4	2.0	1.8	2.4	2.5	2.6	1.9	2.0	2.0	1.9	2.2	2.2	1.9	1.9	1.9
Tenacidad: seco (2)	3.2	3.2	3.3	3.0	2.7	3.2	3.4	3.3	3.0	3.0	3.0	2.7	2.8	3.2	2.8	2.7	2.8
% Elongación: húmedo	28	24	26	23	22	28	26	27	26	25	25	28	31	30	22	24	23
% Elongación: seco	20	20	22	20	19	20	20	19	20	19	20	21	19	21	17	18	17
% Piel	60	90	100	75	98	55	65	80	50	55	60	70	80	75	60	70	70

258752



(1) - Velocidad de hilado expresada en metros por minuto.
(2) - Tenacidad expresada en gramos por denier.

258752



Aunque la tenacidad y la elongación son las únicas propiedades que se han descrito se han elegido por la sencillez y facilidad con que pueden determinarse dichas propiedades. Sin embargo, en algunos casos, los productos preparados de acuerdo con este invento pueden no presentar mejoras en la tenacidad y la elongación y los productos estar constituidos por una estructura de superficie uniforme, todo piel, o tener por lo menos 70 %, aproximadamente, de piel y poseer resistencia a la abrasión, vida de flexión y otras propiedades mejoradas, según se ha explicado anteriormente.

Una de las propiedades del rayon viscosa que ha limitado sus aplicaciones en su hinchamiento de sección transversal relativamente grande cuando se moja con agua, alcanzando este hinchamiento a valores comprendidos entre 65 %, aproximadamente, y 80 %, aproximadamente, para rayón producido por métodos corrientes. Los filamentos de rayón producidos de acuerdo con el método de este invento tienen una característica de hinchamiento en sección transversal apreciablemente menor, alcanzando el hinchamiento a valores comprendidos entre 45 %, aproximadamente y 60%, aproximadamente.

Si se desea, pueden añadirse al baño de hilado pequeñas cantidades del compuesto de amonio cuaternario. Como es soluble en agua, algo del modificador será lixiviado del filamento y se encontrará en el baño.

El modificador de este invento puede añadirse a cualquier viscosa que se desee, tal como las empleadas normalmente en la industria, habiéndose indicado la composición específica de viscosa descrita arriba, únicamente con fines ilustrativos. El compuesto de amonio cuaternario puede añadirse

258752



en cualquier fase que se desee en la producción de la viscosa y puede estar presente en la materia prima celulósica aunque puede ser necesario ajustar la cantidad presente para producir una viscosa que tenga las proporciones adecuadas del modificador en el momento del hilado.

La denominación "piel", se emplea para designar aquella porción de filamentos de celulosa regenerada que se tiñe o colorea permanentemente por el siguiente procedimiento: una sección de microtomo de uno o más de los filamentos montada en un bloque de cera, se recoge y se monta en una platina con fijador de albúmina Meyer. Después de quitar la cera en xileno, se coloca la sección en baños sucesivos de alcohol de 60 % y 30 % durante unos pocos momentos cada uno, y luego se tiñe en solución acuosa al 2 % de Victoria Blue BS cone (General Dyestuffs Corp.) durante 1 a 2 horas. En este momento la sección completa es azul. Enjuagando la sección primera en agua destilada y luego en uno o más baños compuestos de 10% de agua y 90 % de dioxano durante un período que varía de 5 a 30 minutos, según sea el filamento particular, el colorante se retira completamente del núcleo, dejándole restringido a las áreas de piel.

Aunque se han descrito aspectos preferidos del invento, se entiende que la descripción es ilustrativa y se sobrentiende que pueden hacerse cambios y variaciones sin apartarse del espíritu y alcance de la invención según se definen por las reivindicaciones que figuran a continuación.

N O T A

30

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente

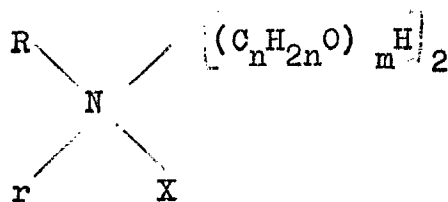
258752



de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Un método de producir cuerpos conformados de celulosa regenerada, caracterizado por expulsar viscosa que contiene desde 30% aproximadamente a 60% aproximadamente de bisulfuro de carbono, referido al peso de la celulosa en la viscosa y desde aproximadamente 0,5 a 4%, con preferencia aproximadamente 0,75 % a 2,5 %, referido al peso de la celulosa en la viscosa, de un compuesto de amonio cuaternario soluble en álcali, o de una mezcla de tales compuestos, en un baño de hilatura acuoso que contiene desde aproximadamente 10 a 25 % con preferencia de aproximadamente 16 a 20% de sulfato sódico, desde aproximadamente 3 a 15%, con preferencia 4 a 9%, de sulfato de zinc y ácido sulfúrico, excediendo el contenido porcentual de ácido sulfúrico del baño de hilatura del punto de formación de nudos pero no excediendo de unas 0,25 veces del porcentaje de disulfuro de carbono en la viscosa o 1,35 veces el porcentaje de sosa caústica en la viscosa, teniendo los compuestos de amonio cuaternario la fórmula general

20



donde R es una cadena hidrocarbonada alifática superior - que tiene de 8 a 18 átomos de carbono, con preferencia obtenida de los ácidos grasos de grasas y aceites animales y vegetales, tal como aceites de coco, n es 2 o 3, m es de 2 a 50 aproximadamente, X es un ion bromo, cloro, yodo, metosulfato o etosulfato y r es un radical alcoholo inferior o hidroxialcoholo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono cuando

30

258752



X es el ión bromo, cloro o yodo, CH_3 cuando X es el ión meto- sulfato y C_2H_5 cuando X es el ión etosulfato.

5 2º.- Un método según el punto 1º, caracterizado por- que la viscosa se madura hasta un punto salino de cloruro de sodio de no menos de 9 aproximadamente antes de ser expulsa- da en dicho baño de hilatura acuoso.

10 3º.- Un método según los puntos 1º o 2º, caracterizado porque la viscosa contiene aproximadamente 7,4% de celulosa, aproximadamente 6,6% de sosa caústica y aproximadamente 36 % de bisulfuro de carbono.

4º.- Un método según cualquiera de los puntos 1º a 3º, caracterizado porque el contenido en ácido sulfúrico del ba- ño de hilatura no excede de 8,5% aproximadamente, con prefe- rencia, de 7,9%.

15 5º.- Un método según cualquiera de los puntos anterio- res, caracterizado porque n es 2 y X es cloro.

6º.- Un método según el punto 5º, en el cual R es el radical laurilo y r es el radical metilo.

20 7º.- "Un método de producir cuerpos conformados de ce- lulosa regenerada".

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

Esta Memoria consta de veintidos hojas, escritas por una sola de sus caras.

25

Madrid,

P.A.

28 JUL 1960

OM/20