

283229

P.- 23.704

GB 6031/BB.5532



10 DIC. 1962

283229

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

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:  
"METODO DE FORMAR FILAMENTOS DE CELULOSA REGENERADA"

La presente invención se refiere a la manufactura  
de fibras de celulosa regenerada, y de tejidos que contie  
nen tales fibras.

Si bien se han venido produciendo muchas formas -  
de fibras de celulosa regenerada, que han logrado amplio  
uso y aceptación general debido a su resistencia mecánica,  
lustre, suavidad y cuerpo al tacto, no es menos cierto que  
han venido presentando ciertas características físicas -  
que han limitado su empleo en lugar del algodón o en mez-  
cla con éste. Las propiedades convenientes de la fibra de

28322910D



algodón son su elevado módulo de elasticidad y su reducida extensibilidad o alargamiento, en húmedo o acondicionadas, así como el relativamente pequeño encogimiento cuando después de humedecidas se secan. Las fibras de celulosa regenerada hasta ahora conocidas, que no fueran demasiado quebradizas o no soltaran fibrillas, se caracterizaban por un excesivo encogimiento al mojarlas y secarlas luego, y por un módulo elástico relativamente reducido al mojarlas y acondicionarlas. Los tejidos hechos a base de celulosa regenerada anterior a este invento no podían ser estabilizados por procedimientos físicos, sino que exigían para ello un tratamiento químico o con resina, relativamente costoso.

Las fibras de celulosa regenerada o de rayón de viscosa están, en efecto, como hechas a la medida para ciertos fines concretos y específicos. El uso final específico determina el método empleado para fabricar las fibras, la composición concreta de la solución de viscosa y del baño o los baños de hilatura, y las condiciones específicas empleadas en los métodos de producción. Con sólo ligeros cambios en la composición de la viscosa y de los baños de hilatura, y ligeras alteraciones en los métodos de producción, se obtienen como consecuencia fibras de un margen de variación de propiedades extremadamente amplio. En general, en la producción de fibras de rayón de viscosa de elevado módulo en húmedo, viene siendo necesario utilizar soluciones de viscosa de un bajo contenido de celulosa, e hilar los filamentos a muy poca velocidad.

Los objetos de la presente invención incluyen la manufactura de fibras de rayón de viscosa poseedoras de -

283229

0 Dic 1957



características de elevada resistencia mecánica, un alto módulo en húmedo y acondicionadas, sin ser excesivamente quebradizas ni propensas a soltar fibrillas, y de características de reducida captación de agua y escaso encogimiento, a una velocidad de hilatura prudencialmente elevada.

Otro objeto de la invención consiste en un tejido de telar a base de fibras o que contiene fibras de rayón de viscosa, y el cual puede ser estabilizado contra un excesivo encogimiento, por compresión física del tejido en la dirección de su urdimbre.

El dibujo adjunto es una ilustración esquemática de un aparato para la producción de fibras y para la puesta en práctica de la presente invención.

La presente invención prevé la producción de una fibra de rayón de viscosa de gran resistencia mecánica y alto módulo en húmedo, a una velocidad comercialmente factible, utilizando una viscosa y un baño de hilatura que poseen ambos en su composición unos márgenes de variación entre límites bastante estrechos, e hilando la viscosa dentro de un limitado margen de variación de condiciones.

La invención es aplicable a la producción de filamentos continuos o de fibras cortadas dentro de una amplia gama de denier. Por ejemplo, el número de denier puede ser de 1,0 a 3,0, o mayor, según la práctica usual relativa a los hilos y filamentos de rayón de viscosa. Sabido es que, en la producción de fibras cortadas sintéticas, la viscosa es convertida en un filamento continuo, y las fibras cortadas se producen seccionando los filamentos continuos a la longitud conveniente. En el estudio que sigue se utilizará el término de "fibra", y se sobrentiende



283228

que este término se está utilizando para designar tanto -  
el filamento continuo como la fibra cortada.

Una de las singulares características de la pre-  
sente fibra es su gran tenacidad o resistencia a la trac-  
ción tanto en estado húmedo como seco o acondicionado. La  
5 tenacidad en estado húmedo es de al menos unos 3,0 gramos  
por denier (g/d). En el estado de acondicionada, esto es,  
después de inicialmente secada la fibra y dejada luego du-  
rante 24 horas en una atmósfera de una humedad relativa de  
10 58% y una temperatura de 24°C, la fibra tiene una tenaci-  
dad de al menos 4,7 g/d. En general, la tenacidad en húme-  
do variará desde unos 3,0 o alrededor de 3,5 g/d, y la te-  
nacidad después de acondicionada variará entre alrededor  
de 4,7 y unos 5,5 g/d. Otra característica singular de la  
15 presente fibra es la de que se asemeja mucho al algodón en  
su módulo elástico en húmedo, características de encogi-  
miento y extensibilidad o alargamiento a la rotura tanto  
en húmedo como acondicionada. Debido a estas característi-  
cas, la fibra puede sustituir al algodón para muchos usos  
20 o fines textiles, o bien puede ir mezclada con el algodón.  
También posee las características convenientes de otras -  
fibras textiles de rayón de viscosa, en lo que se refiere  
al lustre, suavidad y cuerpo al tacto. Los tejidos hechos  
a base de la fibra pueden estabilizarse comprimiendo físic-  
25 camente el tejido en el sentido de la urdimbre por méto-  
dos ya conocidos, tales como el procedimiento revelado en  
la patente U.S. 1.861.422 del 31 de mayo de 1932.

Uno de los factores que viene limitando grandemen-  
te la mezcla de calidades textiles de fibras de rayón con  
30 algodón, es la apreciable pérdida (alrededor del 30%) de

283229

10 DIC



tenacidad de las fibras de rayón al ser sometidas al tratamiento usual de sosa cáustica en la mercerización de los hilos y tejidos de algodón. Debido a esta apreciable pérdida de tenacidad, y a las dificultades con que se tropieza al intentar dar una estabilidad dimensional a las fibras y tejidos de rayón, se ha venido restringiendo a un máximo de alrededor de 30% el contenido de rayón de las mezclas de algodón con fibras de rayón de las conocidas hasta ahora. La fibra de esta invención, en cambio, al ser sometida a un tratamiento de mercerización, experimenta una pérdida de resistencia a la tracción de sólo 10% a 14%. En vista de la gran tenacidad o resistencia a la tracción que inicialmente tiene la presente fibra, esta pérdida de tenacidad no afecta gravemente a la resistencia de los hilos y tejidos de mezcla con algodón. Asimismo, la aptitud de los tejidos hechos de esta fibra para estabilizarse en dimensiones mediante tratamiento físico del tejido, permite el uso de mezclas de algodón y de esta nueva fibra en las cuales el contenido de rayón puede estar comprendido entre 10% o menos y alrededor de 70% a 75%.

El módulo en húmedo, en el concepto en que aquí se emplea, es un módulo medio en húmedo, y es la magnitud del esfuerzo, en gramos por denier de la fibra, necesario para estirar la fibra completamente mojada en 5% de su longitud, dividida por 0,05, que es la deformación. La extensibilidad o alargamiento es la magnitud de estirado, generalmente expresada en tanto por ciento de la longitud de la fibra en el punto de rotura de la fibra. Las mediciones del módulo en húmedo y del alargamiento o extensibilidad

283229



5 pueden hacerse en el aparato comprobador de Instron, a la tracción, por el procedimiento usual. El módulo en húmedo de la fibra de rayón de viscosa del presente invento va-  
ría aproximadamente entre 12 y 20. Esta característica es  
10 justamente muy poco menor que la correspondiente de las fibras de algodón y, por tanto, la fibra se estira aproximadamente en la misma extensión que el algodón durante la tejedura y el acabado de un género hecho en telar. Esta característica contribuye asimismo a la aptitud de aumentar a 70% ó 75% el contenido de rayón en las mezclas de algodón y rayón. Este factor es una medida de la resistencia de la fibra a su alargamiento, sometida a tracción. El alargamiento o extensibilidad de la fibra está generalmente comprendido entre los límites de 15% a 22% en húmedo,  
15 y aproximadamente de 12% a 15% cuando está acondicionada.

Los tejidos hechos en telar completamente a base de estas fibras de rayón de viscosa tienen un encogimiento residual, o se encogerán al cabo de sucesivos lavados, de alrededor de 5% o menos. Este es aproximadamente igual  
20 al de los tejidos de algodón sin tratar. El encogimiento residual de un tejido de telar puede reducirse a alrededor de 2,2% sometiendo el tejido a un tratamiento de compresión en el sentido de la urdimbre, como se señala en la patente U.S. 1.861.422. Este grado de encogimiento es  
25 similar al encogimiento residual de los tejidos de algodón correspondientes. Los tejidos hechos a base de la fibra presentan aproximadamente la misma resistencia a la tracción en la urdimbre en húmedo, que los hechos de algodón. En cambio, presentan en la urdimbre, en estado de  
30 acondicionados, una resistencia a la tracción mayor, en -



70010

283222

un 25% aproximadamente, que los tejidos de algodón correspondientes.

5 Las fibras de rayón ya conocidas, de gran resistencia y alto módulo en húmedo, se vienen caracterizando por tener la nada deseable propiedad de soltar fibrillas excesivamente. Un atributo muy característico de las fibras de esta invención consiste en su poca fibrilación (propensión a soltar fibrillas), que es aproximadamente igual a la del rayón usual de calidad textil.

10 Se da el nombre de fibrilación a la división o desprendimiento de porciones de fibra. Las porciones o fibrillas se desprenden bien por entero o bien parcialmente de la periferia de la fibra, de un modo muy semejante a como se pela un plátano. La fibrilación reduce el tamaño y la tenacidad de la fibra; también hace que la fibra parezca vellosa o rozada. Los tejidos que contienen fibras que desprenden fibrillas con facilidad, al teñirlos, aparecen cambiados a tonos de tinte más claros en aquellas áreas que contienen tales fibras, debido al efecto de dispersión de la luz que producen las fibras con desprendimiento de fibrillas. Esto se nota particularmente en tejidos de colores oscuros.

25 La magnitud de fibrilación de la fibra puede ser determinada y medida por las propiedades de filtración o índice de paso de agua de un determinado peso de la fibra, previamente batida en una batidora durante cierto tiempo. El índice de paso de agua, tal como se utiliza en esta Memoria descriptiva y en las reivindicaciones se determina añadiendo 4 gramos de la fibra a 300 gramos de agua en una batidora de paleta rotatoria, donde es batida durante

283229

70 DIG



20 minutos. La fibra del agua se tamiza haciendo pasar la  
suspensión por un tamiz de malla 80, que separa las fibrillas  
o partículas desprendidas. La fibra tamizada se coloca,  
con 180 gramos de agua, en un manguito HF de Battista  
que tiene dentro una placa de filtro de vidrio sinterizado.  
Este filtro de manguito es un artículo normal en el comercio,  
fabricado por la Ace Glass Company de Vineland, Nueva Jersey,  
U.S.A., y se describe en un artículo técnico de O.A. Battista,  
J.A. Howsmon y Sidney Coppick titulado "Hydro Cellulose Water  
Flow Number", publicado en INDUSTRIAL AND ENGINEERING CHEMISTRY,  
vol. 45, pág. 2107, septiembre de 1953.

El filtro de vidrio sinterizado tiene un tamaño medio de poros  
de 40 micras, y es aproximadamente de 32 mm de diámetro y  
1,6 mm de espesor. La fibra, colocada en el manguito con el  
agua, se deja sedimentar hasta formar un relleno de fibra sobre  
el disco de filtro. La presión por el lado inferior del disco de  
filtro es reducida entonces en una magnitud equivalente a una  
presión de 60 mm de columna de mercurio. Manteniendo este ligero  
vacío, se deja pasar el líquido a través del relleno fibroso y  
del filtro de vidrio sinterizado. El tiempo necesario para que  
100 cm<sup>3</sup> de agua pasen a través del relleno de fibra y de la  
placa de filtro de vidrio sinterizado, medido en segundos,  
es el índice de paso de agua.

Las fibras y filamentos de esta invención se obtienen  
solamente merced a un riguroso control y correlación de la  
composición de la viscosa, de la composición del baño de hilatura  
y de las condiciones de hilatura. La viscosa contiene de 5% a 7%  
de celulosa, de 5% a 10% de

283229

0010



cáustico y de 30% a 38% de disulfuro de carbono, basados estos porcentajes en el peso de la celulosa. Es esencial que la relación de las proporciones de la celulosa a la viscosa cáustica se mantengan dentro de los límites de 1:1 a alrededor de 1:1,4.

5

La viscosa se forma de manera usual y, bien sea durante su preparación o justamente antes de la hilatura, es modificada mediante la edición de un modificador de coagulación o de la viscosa. Se conoce un gran número de modificadores, que se utilizan en la producción de diversos tipos de rayón de viscosa. Entre estos modificadores se incluyen los glicoles polioxiálquilenicos, tales como los polioxietilenglicoles, polioxipropilenglicoles y los copolímeros en bloque de óxidos de etileno y propileno; diversas aminas, incluidas monoaminas, diaminas y poliaminas, tales como la dietilamina, dimetilamina, etilendiamina y dietilentríamina; productos de reacción de óxidos de alquileo con ácidos grasos, alcoholes grasos, aminas grasas, ácidos aromáticos, alcoholes aromáticos, aminas aromáticas, ésteres parciales de ácidos grasos y alcoholes polivalentes, tales como los productos de reacción del óxido de etileno con alcohol de laurilo, fenol, laurilamina y monostearato de glicerol y compuestos amónicos cuaternarios. La proporción de modificador puede variar desde alrededor de 2% a aproximadamente 5%, basado en el peso de la celulosa.

10

15

20

25

30

A los fines de la presente invención, se prefiere utilizar una combinación de modificadores, tales como una monoamina y un polioxiálquilenglicol o un éter de alcohol aromático o alcohol polivalente con polioxiálquilenglicol,



en los que el glicol o el éter tenga un peso molecular comprendido entre alrededor de 600 y aproximadamente de 4000 a 6000; por ejemplo, dimetilamina y un polioxietilenglicol o un éter de fenol o sorbitol con polietilenglicol, de un peso molecular comprendido dentro de los límites indicados. En el uso de la combinación, la monoamina se añade en proporción aproximadamente comprendida entre 1,5% y 3,5%, y el glicol o éter en proporción de alrededor de 1% a 3%, basándose ambas proporciones en el peso de la celulosa.

La viscosa es madurada (incluidos los períodos de mezcla y retención) durante 10 a 30 horas. Tiene un contenido total de azufre de aproximadamente 1,4% a 1,9%, y un contenido de azufre en xantato de alrededor de 1,0% a 1,4%. El ensayo salino con cloruro sódico puede dar entre 7 y 9 en el momento de la hilatura, y la viscosidad por caída de bola está comprendida entre 55 y 90 segundos.

El baño de hilatura puede clasificarse como de bajo contenido de ácido y de sal, y ha de contener entre 6% y 9% de ácido sulfúrico, de 2,5% a 7% de sulfato de cinc y de 10% a 14% de sulfato sódico. Durante la hilatura, la temperatura del baño ha de mantenerse entre 25°C y 40°C, y la velocidad de hilatura puede estar comprendida entre 20 y 40 metros por minuto. Desde el baño de hilar, los filamentos se hacen pasar, antes del lavado, por un segundo baño o baño de estirar mantenido a una temperatura comprendida entre 85°C y 100°C. Los filamentos son estirados de alrededor de 125% a un 160% aproximadamente, durante su recorrido a través de este baño. El baño de estirar puede ser un baño de agua caliente o bien puede contener de 1%

283228



a 5% de ácido sulfúrico, alrededor de 1% a 4% de sulfato de cinc y de un 4% a 7% de sulfato sódico.

Los filamentos y fibras producidos a base de la viscosa e hilados en las condiciones indicadas más arriba poseen las propiedades y características aquí descritas.

Las fibras y filamentos pueden ser fabricados con un equipo usual, tal como el representado esquemáticamente para el baño de hilatura 2. En el depósito 2, sumergida en el baño de hilar, hay una tobera 3 montada al extremo del tubo ondulado 4. La viscosa viene suministrada desde un lugar de procedencia adecuado (que no se representa) - al tubo y expulsada por extrusión a través de la tobera, formando los filamentos 5 que, al salir del baño de hilar, pasan a un rodillo 6 positivamente movido, y luego a un segundo rodillo 7 positivamente movido también. El rodillo 7 es movido a una mayor velocidad que el rodillo 6, y las velocidades relativas de éstos se eligen de modo que se obtenga el necesario estirado de los filamentos entre los dos rodillos. Entre los rodillos va interpuesto un canalón 8 a través del cual se hace pasar un segundo baño, o baño de estirado. El baño de estirado se mantiene a una elevada temperatura, que plastifica hasta cierto punto los filamentos y permite un mayor grado de estirado.

El baño de estirar efectúa asimismo una nueva regeneración de la celulosa en los filamentos coagulados y parcialmente regenerados obtenidos en el baño de hilar 2. Desde el rodillo 7, los filamentos se pueden hacer pasar por unas zonas de tratamiento ulterior adecuadas, y luego se pueden recoger en un cono o en una caja usual de hilatura. Como alternativa, los filamentos pueden pasar desde

283228



el rodillo 7 a un dispositivo de corte adecuado, en el --  
que los filamentos se cortan hasta formar fibras cortadas  
de la longitud conveniente. Usualmente, las fibras corta-  
das se depositan luego en forma de maraña, y la maraña de  
5 fibras se somete a continuación a los tratamientos ulte-  
riores necesarios.

Para ilustrar de modo más concreto y específico --  
el método de formar filamentos y fibras, de la presente --  
invención, se incluye el ejemplo siguiente:

10 Se preparó viscosa por tratamiento de láminas de  
pulpa (pulpa celulósica de elevado alfa, calidad de visco-  
sa) con sosa cáustica, seguido de las etapas de desmenu-  
zar la álcali-celulosa, xantatar la álcali-celulosa y di-  
solverla en una solución de sosa cáustica. La viscosa con-  
15 tenía 6% de celulosa, 7% de sosa cáustica y 34% de disul-  
furo de carbono, basados en el peso de la celulosa. En es-  
te ejemplo concreto, la relación de celulosa a sosa cáus-  
tica era de 1,0 a 1,17. La viscosa fué luego madurada de  
manera usual a 18°C durante 12 horas. La viscosa, en el --  
20 momento de la hilatura, dió 8,0 al ensayo salino de cloru-  
ro sódico, y una viscosidad por caída de bola de 60 a 75  
segundos. El contenido total de azufre era de 1,6% a 1,7%,  
y el azufre en xantato era de 1,1% a 1,2%. A la viscosa,--  
25 durante la operación de mezcla, se le incorporaron 3,3% --  
de dimetilamina y 1,7% de un éter de fenol con polioxi-  
etilenglicol que contenía un promedio de 15 unidades de óxi-  
do de etileno por mol de fenol. La dimetilamina y el éter  
fenólico pueden añadirse en cualquier etapa de la prepara-  
ción de la viscosa.

30 La viscosa fué hilada hasta obtener un hilo de --

283229



12.000 filamentos, 1,5 denier, por extrusión de la viscosa a través de unos orificios de aproximadamente 0,06 mm de diámetro, a un baño de hilar que contenía 7% de ácido sulfúrico, 11% de sulfato sódico y 4% de sulfato de cinc, —  
5 manteniéndose el baño de hilar a una temperatura de unos 30°C. Los filamentos se sacaron del baño, se pasaron por sobre un primer rodillo, a través de un segundo baño, éste caliente, por sobre un segundo rodillo, y luego se recogieron para ulterior tratamiento. El segundo baño se —  
10 formó diluyendo parte del baño de hilar, y contenía aproximadamente 3% de ácido sulfúrico, alrededor de 1,5% de sulfato de cinc y aproximadamente 5% de sulfato sódico, — y se mantuvo a una temperatura de unos 95°C. Durante el pa-  
15 so de los filamentos por el baño caliente, fueron estirados aproximadamente en un 140%. La velocidad de hilatura fué de unos 25 metros por minuto. Después de recogidos — los filamentos, se lavaron, desulfuraron y blanquearon — por medio de tratamientos usuales.

20 Las propiedades físicas de los filamentos se exponen en la tabla que sigue.

TABLA I

	Tenacidad:	
	En húmedo	3,40 g/denier
25	Acondicionados	5,00 g/denier
	Alargamiento:	
	En húmedo	17%
	Acondicionados	15%
	Hinchazón en sección recta	45,1%
30	Módulo en húmedo al 5% de alargamiento	15

283229

0013



Factor de rigidez en húmedo	20,0
Índice de paso de agua	9,85
Flexión de fibra única	115.000 ciclos
Sección recta	Redonda
Película	30%
Fibrilación	Ninguna

5

10

El factor de rigidez en húmedo es la tenacidad en húmedo (en g/dnier) dividida por el alargamiento porcentual en estado húmedo.

15

La prueba de flexión de fibra única se mide en un aparato de ensayo de flexión de fibras construido por la Fiber Test Inc., Arcweld Building, Grove City, Pennsylvania, U.S.A. Esta máquina de ensayo mide la resistencia de las fibras individuales a la fatiga por flexión. En este aparato, se fija una fibra a un elemento dotado de movimiento de vaivén, y se hace pasar la fibra por sobre una barra cuidadosamente mecanizada, que tiene un filo asentado con precisión a un diámetro aproximado de 0,13 mm, y el otro extremo del filamento se le fija una pequeña pesa. Al dar al elemento el movimiento de vaivén, el filamento es estirado a través del borde de la barra, registrándose el número de ciclos transcurridos hasta el momento en que el filamento se rompe. Tal como queda registrado en la tabla precedente, se sometieron a este ensayo 10 filamentos, indicándose el número de ciclos en el momento en que falla la fibra sexta, de las diez. Este se considera el valor mediano. El ensayo de flexión de fibra única correspondiente en el algodón dió 69.000 ciclos. Este ensayo está directamente relacionado con las propiedades de uso y

20

25

30



desgaste de los tejidos hechos con las fibras específicas. Este método de ensayo de fibras se describe en un artículo de Lefferdink y Briar titulado "Interpretation of Fiber Properties", publicado en el TEXTILE RESEARCH JOURNAL, --  
5 vol. 29, junio 1959.

La fibrilación o desprendimiento de fibrillas se mide sometiendo las fibras durante 20 minutos a la acción de una batidora, y examinando las fibras al microscopio.

10 Unas fibras cortadas, como las descritas en el -- ejemplo precedente, de una longitud aproximada de 40 mm, -- se hilaron hasta obtener un hilo de 30/1, con el que luego se tejió un challis normal de 64 x 62. Se tomaron muestras del tejido y se trataron de la manera usual por chamuscado, desaprestado, lavado, blanqueado y secado. Ciertas  
15 muestras se sometieron a un tratamiento usual de reducción del encogimiento con arreglo a la patente U.S. -- 1.861.422, y otras muestras se sometieron a un tratamiento usual de resina utilizando una solución al 5% de una resina de urea-formaldehído (dimetilol-urea, Rhonite R-1,  
20 fabricada por Rohm & Haas Co., Filadelfia, Pennsylvania, -- U.S.A.)

Las muestras de tejido con acabado, corriente sometidas a 10 lavados sucesivos en ebullición, conforme al método de ensayo 5550 de las especificaciones federales --  
25 de los Estados Unidos CCC-T-19 LB, presentan un encogimiento progresivo de aproximadamente 7,2% en el sentido -- de la urdimbre y de un 2,4% en el sentido de la trama. Sometidas las muestras de tejido al tratamiento de reducción del encogimiento, el encogimiento progresivo al cabo del  
30 décimo lavado es algo superior al de los correspondientes



283229

tejidos de algodón, siendo de aproximadamente 2,6% en los sentidos tanto de trama como de urdimbre.

5 La resistencia a la tracción de urdimbre de los tejidos, en estado acondicionado, fué de unos 38 kg, en contraste con la resistencia a la tracción de 28,5 kg del tejido de algodón correspondiente. La resistencia a la tracción de los tejidos se midió por el método usual de ensayo por agarre en un aparato probador Scott DH. En estado húmedo, los tejidos fabricados conforme al presente invento dieron una resistencia a la tracción en urdimbre de unos 31,5 kg, en contraste con la resistencia a la tracción de 32,5 kg del tejido de algodón correspondiente.

10 Al comparar la resistencia a la tracción en urdimbre de los tejidos de esta invención, y de los tejidos de algodón correspondiente sometidos al acabado de resina al 5%, los tejidos de la presente invención, en estado de acondicionados, dieron una resistencia a la tracción de unos 36,5 kg, en contraste con la de unos 16 kg del tejido de algodón correspondiente. En estado húmedo, los tejidos de esta invención dieron una resistencia a la tracción de 28,5 kg, en contraste con la de 17 kg del caso de los tejidos de algodón.

15 Se midieron resistencias al desgarró, utilizando la máquina de ensayo de Elmendorf con el método 5132 de las especificaciones federales de los Estados Unidos CCC-T-19 LB. La resistencia al desgarró de los tejidos con acabado corriente de esta invención se vió que era de 1 kg, comparable a 1,2 kg de las muestras de algodón. Para las muestras sometidas al tratamiento de resina al 5%, la resistencia al desgarró de los tejidos de esta invención fué

20

25

30

10 DIC



283229

de unos 3,6 kg, en contraste con alrededor de 0,6 kg para los tejidos de algodón.

5 Aun cuando el ejemplo que antecede representa las composiciones preferidas de viscosa y baño y las condiciones de hilatura también preferidas, las fibras obtenidas de la manera descrita son representativas de unas fibras formadas dentro de los límites arriba fijados. Esto se de muestra por medio de los datos de la tabla que sigue, en la que se resumen las composiciones y condiciones comprendidas dentro de los márgenes mencionados. Para que pueda haber una comparación directa entre los ejemplos adicionales y el ejemplo concreto y específico detallado, la viscosa utilizada para formar fibras en diversas condiciones contenía 6% de celulosa, 7% de sosa cáustica y proporciones variables de disulfuro de carbono. Las diversas viscosas fueron maduradas durante 10 a 30 horas, y los ensayos salinos con cloruro sódico dieron valores diferentes, comprendidos entre aproximadamente 6,5 y 8,3. Hay representadas dos combinaciones distintas de modificadores de viscosa, habiéndose obtenido resultados similares con el uso de otros modificadores. Las muestras designadas con la letra A contenían 3,3% de dimetilemina y 1,7% de un polioxietilenglicol con un grado de polimerización de aproximadamente 35 (Carbowax 1540). Las muestras designadas con la letra B contenían 3,3% de dimetilemina y 1,7% de un éter fenólico de polioxietilenglicol, con un promedio de 15 unidades de óxido de etileno por mol de fenol. En cada caso, la proporción de aditamento está basada en el peso de la celulosa.

30 Como se observará, la composición del baño de hi-



283229

latura variable, y la temperatura del baño de hilatura se hizo variar dentro de los límites arriba expuestos. El segundo baño, o de estirado, tenía aproximadamente la misma composición indicada para el ejemplo detallado. Las muestras designadas con la letra A se hilaron a una velocidad de 27 m/min., y las muestras designadas con la letra B se hilaron a 25 m/min.

5

La tenacidad en estado húmedo se indica en gramos por denier, y el alargamiento está expresado en tanto por ciento en estado húmedo. La rigidez en húmedo viene representada por la tenacidad en húmedo dividida por el alargamiento.

10

TABLA II

	Viscose % CS <sub>2</sub>	Baño de hilatura		Temp. °C	Alarg. %	Nº de denier	Prop. de la fibra		Rigidez en húmedo		
		% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	% ZnSO <sub>4</sub>				% Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	$\frac{M}{h}$ g/d		$\frac{M}{h}$ %	
A-1	31	6,8	5,0	10,0	33	156	1,24	3,39	17,3	13,8	19,6
A-2	34	7,2	4,7	10,0	32	164	1,28	3,43	14,4	14,3	23,8
A-3	37	9,0	7,5	10,3	32	156	0,82	3,04	14,0	13,9	21,6
A-4	34	7,2	3,0	10,0	33	136	1,21	3,12	13,1	15,2	23,7
A-5	34	7,1	8,8	10,0	33	136	1,14	3,22	13,7	14,9	23,5
B-1	34	6,4	4,9	11,6	30	149	1,56	3,12	24,2	11,7	12,9
B-2	34	8,2	4,9	11,6	30	149	1,53	2,76	25,2	9,0	11,0
B-3	34	7,0	3,3	12,0	30	149	1,38	3,73	16,9	15,2	20,0
B-4	34	8,0	6,8	12,0	30	149	1,46	3,49	17,6	14,1	18,8
B-5	34	7,3	5,0	11,6	30	140	1,39	3,56	19,0	13,5	18,7

22222



283229



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 9 de Abril 1962, bajo el número, 185.936, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10

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:

15

1. Método de formar filamentos de celulosa regenerada, que comprende las etapas de: pasar una viscosa por extrusión a un baño de hilar, para obtener filamentos celulósicos coagulados y parcialmente regenerados; retirar los filamentos del baño de hilatura; hacer pasar los filamentos por un baño acuoso de estirado, y estirar los filamentos en el baño de estirado; caracterizado dicho método por el hecho de que la viscosa contiene de 5% a 7% y preferiblemente 6% de celulosa, de 5% a 10% y preferiblemente 7% de sosa cáustica siendo la relación de celulosa a sosa cáustica de 1:1 a aproximadamente 1:1,4 y de 30% a 38% preferiblemente 34% de disulfuro de carbono, basándose el contenido de sosa cáustica y de disulfuro de 6% a 9% y preferiblemente 7% de ácido sulfúrico, de 2,5% a 7% y preferiblemente 4% de sulfato de cinc, y de 10% a 14% y preferiblemente 11% de sulfato sódico; el baño de hilatura se mantiene a una temperatura comprendida entre 25°C y 40°C, y de preferencia a 30°C; el baño de estirado se man

20

25

30

283229 1000



tiene a una temperatura comprendida entre 85°C y 100°C, y de preferencia a 95°C; y los filamentos son estirados en éste de alrededor de 125% a aproximadamente 160%, y de preferencia en un 140%.

5           2. Método conforme a la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la viscosa contiene además un modificador en proporción comprendida entre alrededor de 2% y aproximadamente 5%, basada en el peso de la celulosa, y de que da entre 7 y 9 al ensayo salino con cloruro sódico, en el momento de la extrusión.

10           3. Método conforme a la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el modificador consiste en una proporción aproximada de 1,5% a 3,5%, y preferiblemente de 3,3%, de un modificador de viscosa de tipo monoamínico, —  
15           tal como la dimetilamina y de alrededor de 1% a 3%, y preferiblemente de 1,7%, de una sustancia que tiene un peso molecular comprendido entre alrededor de 600 y aproximadamente 6000 y elegida de entre los polioxialquilenglicoles, los éteres de un alcohol aromático con polioxialquilenglicoles, y los éteres de alcoholes polivalentes con polioxialquilenglicoles; basándose en las proporciones en el —  
20           peso de celulosa en la viscosa.

25           4. Método conforme a la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que la sustancia es un éter fenólico de polioxietilenglicol que contiene alrededor de 15 —  
unidades de óxido de etileno por mol de fenol.

30           5. Método conforme a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que el baño —  
de estirado contiene de 1% a 5% de ácido sulfúrico, de 1% a 4% de sulfato de cinc y de 4% a 7% de sulfato sódico.

283229



6. Método de formar filamentos de celulosa regenerada.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para --  
5 los fines que se han especificado.

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

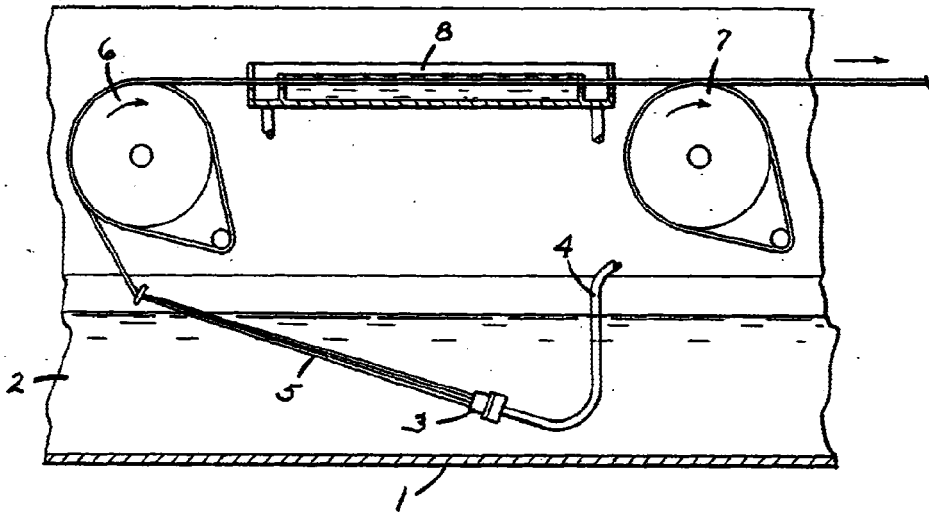
Madrid, 10 DIC. 1962

Alberto de Elzabur  
Por suyo.

100



283220



Alberto de Elzobur  
Inventor