

283 863



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento para la fabricación de hilos y fibras de celulosa regenerada lavables, de elevada estabilidad dimensional" - - - - -

a favor de SOCIEDAD ANONIMA DE FIBRAS ARTIFICIALES, S.A.F.A., de nacionalidad española, domiciliada en Madrid, calle Peligros, nº 2.

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

5 En la patente española 267.073, se ha descrito un procedimiento de fabricación de hilos y fibras de celulosa regenerada lavables, de elevada estabilidad dimensional y de alto módulo de elasticidad al estado húmedo. Este procedimiento consiste esencialmente en hilar una viscosa preparada con una elevada proporción de CS² conteniendo una celulosa de alto G.P. y teniendo una viscosidad elevada, con adición de uno o varios modificadores, en un baño caliente medianamente ácido, conteniendo cantidades importantes de sulfato de cinc, en presencia de un
10 aldehído.

En estas condiciones, los filamentos al estado de gel poseen todavía un índice gamma muy elevado relativamente lejos abajo de la hilera y son susceptibles de ser fuertemente



estirados, pudiendo ser comunicado este estirado inmediatamente en el baño de hilatura o en un segundo baño, o sobre los rodillos, en el momento de un recorrido en el aire, entre los dos baños. En efecto ciertos aldehidos, como el formaldehido por ejemplo, forman un complejo estable con el xantato de celulosa y este último no es destruido mas que difícilmente en medio ácido. Los fuertes estirados comunicados a los filamentos, así como el empleo de viscosas conteniendo celulosa con un G P muy elevado y tan uniforme como sea posible, permiten obtener unas ventajosas características, principalmente una elevada tenacidad en seco y húmedo. Por otra parte, los filamentos obtenidos están constituidos esencialmente por la "piel". La consecuencia del conjunto de estas propiedades es que los tejidos que se pueden obtener a partir de los filamentos muestran muy buena estabilidad dimensional y una excelente resistencia a los lavados repetidos.

El objeto de la presente invención es un procedimiento nuevo que permite obtener unas fibras e hilos de las mismas propiedades generales que los que acabamos de describir, siendo este nuevo procedimiento notable por el hecho de que se retarda la descomposición del xantato, por otros medios que la adición de aldehidos a la viscosa y al baño de hilatura, principalmente por la aplicación de una temperatura del baño más baja y (o) de un recorrido de baño más corto.

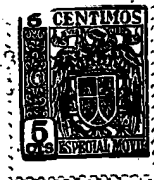
Se puede retardar la descomposición del xantato al punto de poder estirar a un índice gamma superior a 10 de preferencia 18. Entonces se pueden aplicar fuertes estirados a distancias relativamente escasas de la hilera. En resumen,



el efecto retardador del formaldehído sobre la descomposi-
ción del xantato es reemplazado de una parte por la dismi-
nución de la temperatura del baño cuyo poder de regenera-
ción es reducido y (o) de otra parte por la disminución del
5 recorrido de inmersión, o sea de la duración de acción del
baño. Resulta prácticamente que se puede utilizar un baño
tibio con recorridos de inmersión normal y/o un baño calien-
te con recorrido corto, o todavía un baño tibio con recorri-
do corto. Se pueden también considerar fórmulas o una adición
10 menor de aldehído que según la patente española 267.073, es
combinada con el empleo de un baño de temperatura intermedia
y/o un recorrido menos reducido en el baño.

Comparativamente con los productos según la patente espa-
ñola 267.073, las fibras y los hilos obtenidos en las condi-
15 ciones presentes poseen del mismo modo una tenacidad y un mó-
dulo elevado, pero su alargamiento es más importante y es por
consiguiente ventajoso combinar un módulo elevado a la humedad
y un fuerte alargamiento en una misma fibra, pues hay que ha-
cer notar que el aumento de alargamiento es generalmente obte-
20 nido con menoscabo del módulo de elasticidad. Estas fibras
son más convenientes que las fibras existentes en ciertos
dominios de empleo particulares, por ejemplo en las mezclas
con algodón, y principalmente en las mezclas con las fibras
sintéticas, donde un alargamiento elevado es muy favorable.

25 Para la práctica de la invención, se pueden utilizar vis-
cosas que contengan 3 a 10 por cien de celulosa y a lo menos
1,5 por cien de sosa en la cual la proporción de sulfocarbona-
tación es a lo menos de 40 por cien (en relación con la alfa-
celulosa). La celulosa contenida en la viscosa debe tener un



G P de 400 a lo menos y la viscosidad de la viscosa a la puesta en hilatura debe ser de 150 poises a lo menos y debe estar de preferencia comprendida entre 200 y 400 poises.

La viscosa contiene uno o varios agentes modificadores, tales como las aminas, poliaminas, poliglicoles, compuestos de amonio cuaternario, productos de condensación de óxidos de alquileo, y otros, que favorecen la formación de una "piel" espesa y es hilada a un gamma elevado a lo menos igual a 40 y de preferencia comprendido entre 50 y 80, en un baño medianamente concentrado de ácido sulfúrico y conteniendo de 6 a 12 por cien de sulfato de cinc. La temperatura del baño está comprendida entre 35 y 45 grados centígrados, en el caso de un recorrido medio, por ejemplo del orden de 60 a 120 centímetros. Por el contrario con un baño caliente en el cual la temperatura es del orden de 45 a 60 grados centígrados se utiliza un recorrido corto, 30 centímetros por ejemplo. Se estiran los filamentos formados en el primer baño y (o) en el segundo baño y (o) en recorridos en el aire entre los dos baños. En la práctica, se prefiere comunicar lo esencial del estirado sobre rodillos entre el primero y segundo baño. Se hace entonces pasar los filamentos en un segundo baño de ácido diluido y caliente, después eventualmente en un tercer baño de desgasado cuya composición es la misma que la del segundo baño. Finalmente se recibe el hilo o la mecha de manera apropiada.

Las condiciones de hilatura según la invención y principalmente la utilización de una viscosa que tenga un índice gamma elevado, en combinación con una temperatura reducida del baño y (o) con un recorrido de inmersión corto, permite estirar



fuertemente los filamentos al estado de gel, a un índice gamma todavía superior a 10, así pues obtener una estructura relativamente bien orientada y por consecuencia un alto módulo de elasticidad.

5 Es así como para una viscosa de índice gamma elevado, hilada con tubo, con un recorrido de 80 centímetros en el primer baño, se han obtenido unos resultados que ponen limpiamente en evidencia la influencia de la temperatura del baño sobre el índice gamma del gel; estos resultados están representados en la tabla I; (se trata de un baño conteniendo 110 gramos por litro de ácido sulfúrico, 130 gramos por litro de sulfato de sosa y 80 gramos por litro de sulfato de cinc sin formaldehído. El índice gamma es medido a 2,80 metros de la hilera, al final del estirado primario).

T A B L A I

Temperatura	30	35	40	45
Indice gamma	23	19	15,5	10

15 Prácticamente con un recorrido de inmersión normal en el baño de hilatura, la temperatura del baño no debe ser superior a 45 grados centígrados, pues en este momento la caída del índice gamma es demasiado rápida para permitir un estirado importante a la salida del primer baño. Por el contrario, esta temperatura no debe ser inferior a 35 grados centígrados, pues entonces la hilabilidad disminuye rápidamente y los filamentos obtenidos son de mala calidad.

20 Así como se ha indicado anteriormente se puede sin em-



283863

bargo regular el índice gamma del gel por otros medios todavía que los que consisten en hilar en presencia de formaldehído o utilizar una temperatura de baño más baja. Hilando una viscosa preparada con una proporción elevada de CS^2 , en un baño a 55 grados centígrados, conteniendo 83 gramos de ácido sulfúrico, 160 gramos de sulfato de sosa y 120 gramos de sulfato de cinc por litro, a la velocidad de 50 metros por minuto, se han obtenido, en función de la longitud de recorrido en el baño, los índices gamma indicados en la tabla II (medidos a la salida del primer baño, al cabo del estirado primero).

T A B L A II

Recorrido en centímetros en el primer baño	20	30	55	90
Índice gamma	40	37	29	13

Las cifras de esta tabla ponen limpiamente en evidencia el interés que hay en utilizar una corta longitud de inmersión si se quiere conservar un índice gamma elevado al momento del estirado.

La hilatura en baño medianamente ácido, en presencia de agentes modificadores, y de cantidades importantes de sulfato de cinc, conduce a unos hilos cuyo corte transversal está constituido por 80 a 100 por cien de "piel", tales que ésta es puesta en evidencia por la técnica de tintura diferencial (Moreheard & Sisson, Textile Research J., de Diciembre de 1945, página 443). Esta proporción importante de "piel", junto con los alargamientos elevados comunica a los filamen-



tos excelentes propiedades transversales, en particular del punto de vista de la resistencia a la flexión repetida y de la resistencia a la abrasión.

5 Los hilos y fibras obtenidos después del procedimiento según la invención tienen un corte sensiblemente redondo. Un ensayo de desfibrillación ejecutado por la técnica del ácido nítrico hace aparecer unas finas fibrillas bien diferenciadas. Los hilos y fibras obtenidos tienen una tenacidad al mojado que está comprendida entre 3,4 y 3,8 gramos por de-

10 nier. El alargamiento al estado acondicionado está comprendido entre 16 y 20 por cien. El módulo de elasticidad, expresado bajo forma de alargamiento tanto por cien a la humedad bajo una carga de 0,5 gramos por denier es del orden de 3,6 g 3,9.

15 A continuación se describen tres ejemplos de ejecución del procedimiento según la invención pero bien entendido que estos ejemplos no son de ningún modo limitativos y que la invención abarca toda variante en el mismo espíritu. La invención se aplica por ejemplo en la fabricación de hilos de

20 refuerzo para neumáticos, en la fabricación de películas, entre otras aplicaciones.

E J E M P L O 1

Una pasta de madera de elevado contenido en alfacelulosa, es convertida en alcalicelulosa que es seguidamente sulfocarbonatada en dos tiempos, con 45 por cien de sulfuro de carbono. Después de la disolución del xantato en la sosa, maduración, filtración y desgasado, se obtiene una viscosa 5,5/6

25 cuya viscosidad es de 280 poises. El GP de la celulosa con-



tenido en esta viscosa es de 525. A esta viscosa, se añade 0,5 por cien de metilcicloexilamina y 1,5 por cien de poli-
óxido de etileno (en relación del alfacelulosa), durante la
disolución del xantato o en un estado anterior. Se hila se-
5 guidamente al índice gamma de 65, con ayuda de una hilera de
80 orificios de 7/100 de milímetros, con tubo en un baño que
contiene 120 gramos por litro de ácido, 130 gramos por litro
de sulfato de sosa y 100 gramos por litro de sulfato de cinc,
más 1 gramo por litro de formaldehido, a la temperatura de
10 39 grados centígrados. Después de la salida del primer baño
los filamentos formados son estirados de 80 por cien mediante
rodillos. Presentan todavía un índice gamma de 20 al final
de este estirado primario. Los filamentos experimentan segui-
damente en un segundo baño de ácido diluido y caliente, un
15 estirado complementario que lleva el estirado total a 165 por
cien. Finalmente, se arrolla el hilo en una bobina a la velo-
cidad de 35 metros por minuto.

Después de la desacidificación, lavado, desulfuración,
ensimado y secado, se obtiene un hilo de 120 deniers, 80 fi-
20 lamentos, que presenta las características siguientes:

	Título unitario, denier	1,5
	Tenacidad acondicionada, gramos por denier	5,2
	Tenacidad húmeda, gramos por denier	3,6
	Tenacidad al bucle, gramos por denier	0,9
25	Alargamiento acondicionado, por cien	16
	Alargamiento húmedo por cien	18
	Módulo (alargamiento húmedo bajo 0,5 gra- mos por denier)	3,5 por cien



Los tejidos obtenidos a partir de tal hilo muestran unas características muy favorables desde el punto de vista del lavado, estabilidad dimensional y de la resistencia a la abrasión.

E J E M P L O 2

5 Una pasta de linters es mojada durante 30 minutos, a la temperatura de 21-22 grados centígrados, en sosa a 235 gramos por litro y es prensada a la proporción de 3,3 en relación a la alfacelulosa. La alcalicelulosa así prepara-
10 da es desmenuzada con adición de pequeñas cantidades de óxido de polietileno y después de un corto período de maduración, se ataca con 39 por cien de sulfuro de carbono (en relación a la alfacelulosa). El xantato obtenido es disuelto en la sosa con adición complementaria de 6 por cien de CS^2 , para ser transformado en una viscosa 6/6,5 a la cual
15 se incorporan todavía 0,5 por cien de metilciclohexilamina (en relación a la celulosa) así como pequeñas cantidades de productos de actividad superficial, destinados a mejorar la hilatura y a facilitar el desgasado. Después de la maduración, la viscosa es de 160 poises y el GP de
20 la celulosa contenida en la viscosa es de 450. La viscosa es hilada al índice gamma de 65-67, con ayuda de una hilera de 8.000 orificios de 4,5 centésimas de milímetro, en un baño de 36 grados centígrados conteniendo 110 gramos de ácido sulfúrico, 130 gramos de sulfato de sosa y 80 gra-
25 mos de sulfato de cinc por litro. Los filamentos hilados con tubo, efectúan un recorrido de aproximadamente 80 centímetros en el primer baño y son entonces estirados de 84 por cien en el aire mediante rodillos. El índice gamma de los filamentos al estado de gel es todavía de 21 al final del



estirado primario. Los filamentos pasan seguidamente en un segundo baño conteniendo 28 gramos por litro de ácido sulfúrico, a la temperatura de 95 grados centígrados al mismo tiempo que experimentan un estirado complementario que lleva el estirado total a 161 por cien. La velocidad final de hilatura es de 20 metros por minuto. Luego la mecha de filamento pasa a un tercer baño de desgasado que tiene una composición análoga a la del segundo baño, y es recibida en un bote. Después de los tratamientos usuales de acabado, los filamentos obtenidos presentan las características siguientes:

5	- Título unitario, deniers	1,1
	- Tenacidad acondicionada, gramos por denier	5,2
	- Tenacidad húmeda, gramos por denier	3,8
	- Tenacidad al bucle, gramos por denier	1,02
10	- Alargamiento acondicionado, por cien	18
	- Alargamiento húmedo, por cien	19
	- Módulo (alargamiento húmedo bajo 0,5 gramos deniers)	3,2 por cien

Un hilado número 60 métrico de torsión 773 vueltas por metro, obtenido con fibras de 1 denier 40 milímetros fabricadas según el ejemplo 1, presenta una tenacidad acondicionada de 24,4 Rkm para un alargamiento correspondiente de 10,5 por cien y una tenacidad húmeda de 19,4 Rkm para un alargamiento correspondiente de 12,5 por cien, cifras extremadamente favorables para el trabajo textil. Los tejidos obtenidos con este hilado se caracterizan por una excelente estabilidad dimensional, así como por una buena resistencia al lavado y una buena resistencia a la abrasión.



E J E M P L O 3

283863

Una viscosa 6/6,5 obtenida con sulfocarbonatación en dos tiempos, como en los ejemplos 1 y 2 y conteniendo una celulosa GP 520, es adicionada con 0,9 por cien de metilciclohexilamina y con 1,5 por cien de óxido de polietileno con relación a la alfacelulosa, y es hilada al índice gamma de 65, a la viscosidad de 240 poises, en un baño de 55 grados centígrados conteniendo 83 gramos de ácido sulfúrico, 180 gramos de sulfato de sosa y 120 gramos de sulfato de cinc por litro. Los filamentos forrados efectúan un recorrido de 30 centímetros solamente y presentan un índice gamma de 37 a la salida del primer baño: son fuertemente estirados, y pasan entonces a un segundo baño de ácido diluido y caliente donde experimentan todavía un estirado complementario y son finalmente recibidos en una bobina, a la velocidad de 50 metros al minuto.

Después de los tratamientos usuales de acabado, los filamentos obtenidos presentan las características siguientes:

- Título unitario, deniers	1,5
- Tenacidad acondicionada, gramos por deniers	5,1
- Tenacidad húmeda, gramos por denier	3,5
- Alargamiento acondicionado, por cien	16
- Alargamiento húmedo, por cien	18
- Módulo (alargamiento húmedo bajo 0,5 gramos denier)	3,7

Los tejidos obtenidos con los hilos según el ejemplo 3 han mostrado las mismas características favorables que los



de los ejemplos 1 y 2, desde el punto de vista del lavado, estabilidad dimensional y de la resistencia a la abrasión.

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

1.º Un procedimiento para la fabricación de hilos y fibras de celulosa regenerada lavables de elevada estabilidad dimensional y un elevado módulo de elasticidad, por hilatura de una viscosa preparada con una proporción elevada de CS^2 , que tiene un índice gamma, una viscosidad y un grado de polimerización elevados, adicionada de uno o varios modificadores, en un baño de concentración media en ácido y una fuerte concentración en sulfato de cinc, con estirado del gel a un índice gamma superior a 10 y de preferencia superior a 18, obtenido por una temperatura de baño más baja y (o) recorrido de baño más corto, caracterizado además por poseer en particular los elementos siguientes considerados aislados o en combinaciones cualesquiera:

- El G P de la celulosa contenida en la viscosa es de 400 a lo menos.

- La viscosidad de la viscosa es de 150 poises a lo menos y está comprendida de preferencia entre 200 y 400 poises.

- El índice gamma de la viscosa enviada en hilatura es a lo menos igual a 40, de preferencia comprendido entre 50 y 80.

- Se incorporan a la viscosa y (o) al baño, unos compuestos tales como aminos, poliaminas, polialquilenoglicoles o sus productos de condensación, compuestos de amonio cuaternarios y otros, a razón de 0,1 a 5 por cien en relación a la



cantidad de celulosa de la viscosa.

283 863

= Se hila en un baño medianamente ácido, conteniendo de 6 a 12 por cien de sulfato de cinc.

5 - El baño y (o) la viscosa pueden contener eventualmente pequeñas cantidades (menos de 10 gramos por kilogramo) de un aldehído, tal como el formol.

10 - La temperatura del baño está comprendida entre 35 y 45 grados centígrados, de preferencia entre 35 y 40 grados centígrados, para un recorrido en el baño usual, por ejemplo de 60 a 120 centímetros.

- La temperatura del baño está comprendida entre 45 y 60 grados centígrados y el recorrido en el baño es más reducido, por ejemplo de 20 a 60 centímetros.

15 - La temperatura del baño está comprendida entre 35 y 45 grados centígrados, de preferencia entre 35 y 40 grados centígrados y el recorrido en el baño es corto, por ejemplo de 20 a 60 centímetros.

2.-"Un procedimiento para la fabricación de hilos y fibras de celulosa regenerada lavables, de elevada estabilidad dimensional!"

Consta la presente memoria de trece hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 20 de Diciembre de 1962.

P. p. de: SOCIEDAD ANONIMA DE FIBRAS ARTIFICIALES,

J. BORET DEL RIO
P. P.