

3065 13

P- 27.793

R 503/FG/LI



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE D E INVENCION

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V.ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH, entidad holandesa, establecida en Velperweg 76, Arnhem, Holanda, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE HILO DE FILAMENTO DE CELULOSA REGENERADA"

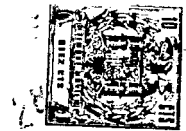
-----

La presente invención se refiere a un procedimiento para la manufactura de hilos de filamentos y fibras cortadas de celulosa regenerada que tienen gran resistencia, así como a los hilos de filamentos y fibras cortadas así obtenidas.

5           Se conocen ya procedimientos para la manufactura de hilo de filamento artificial de celulosa regenerada, los cuales procedimientos comprenden extruir viscosa, en presencia de por lo menos un compuesto que proporciona filamentos con estructura tipo película, en un baño de hilado que contiene ácido sulfúrico, sulfato sódico y de 3 a 10% de sulfato de cinc; descom-

10

306513



poner y estirar después el hilo de filamento recientemente hilado, en un segundo baño caliente que contiene ácido diluido; recoger el hilo de filamento estirado, en forma de paquete de hilo sin núcleo rígido; dar un tratamiento posterior al paquete de hilo; y, finalmente, secar el hilo de filamento.

Los hilos de filamento así manufacturados tienen una resistencia elevada, y los filamentos presentan, en por lo menos la mayor parte de su sección transversal, la conocida estructura tipo película.

Se ha descubierto actualmente un procedimiento mediante el cual se pueden manufacturar hilos de filamentos, los cuales presentan una resistencia incluso mayor.

Según la presente invención, el procedimiento anteriormente indicado como conocido se caracteriza por el hecho de que el hilo de filamento, después de salir del segundo baño, tiene una relación de xantato menor que 0,030, y de que después del segundo baño la temperatura, en grados centígrados, y el pH de la hebra en movimiento se cambian hasta un valor menor de 25°C y un valor comprendido entre 3,4 y 5,0, respectivamente, y por el hecho de que durante el hilado, y probablemente después del mismo, el paquete de hilo se mantiene a una temperatura no mayor de 24°C, y de que el paquete de hilo se libera de ácido y sales con ayuda de agua que tiene una temperatura menor de 20°C, y, finalmente, de que el hilo de filamento se seca bajo tensión.

La temperatura del hilo de filamento se puede cambiar de diversas formas hasta un valor menor de 25°C. Un método muy sencillo consiste en tratar el hilo con un líquido frío de lavado, de tal forma que la temperatura descienda hasta 24°C o más baja, y el pH del filamento aumente al mismo

306513



tiempo hasta 3,4-5,0.

El líquido de lavado puede ser una solución acuosa diluída de, por ejemplo, sulfato sódico o bicarbonato sódico, etc. Por razones de economía se prefiere utilizar agua.

5 El pH del hilo de filamento se determina de la siguiente forma. Se vierten en un vaso 200 cc de agua destilada sobre 6 g del hilo de filamento húmedo (que contiene aproximadamente 100% de humedad), que se ha cortado en trozos pequeños. Se deja reposar el vaso durante 1 hora, durante la cual se agita  
10 ta de cuando en cuando, después de lo cual se mide el pH del líquido.

El tratamiento del hilo de filamento húmedo con el líquido de lavado se puede efectuar haciendo pasar el hilo de filamento húmedo a través de un baño, antes de recogerlo en  
15 forma de paquete de hilo.

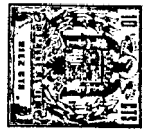
El tratamiento del hilo de filamento húmedo con uno de los líquidos anteriormente mencionados se puede efectuar también pulverizando el líquido sobre el rodillo mediante el cual se hace pasar el hilo al dispositivo de recogida.

20 Después de que el hilo de filamento húmedo en movimiento se ha tratado de tal forma que se ha cambiado su pH hasta un valor comprendido entre 3,4 y 5,0, el hilo de filamento se recoge en forma de paquete de hilo sin núcleo rígido.

Esto se puede hacer, por ejemplo, recogiendo el hilo de filamento en una cesta perforada o recipiente tomador.  
25

Como se ha mencionado anteriormente, durante el hilado, el paquete de hilo del dispositivo de recogida se debe mantener a una temperatura no mayor de 24°C.

30 Cuando el hilo de filamento se recoge en un recipiente tomador rotatorio, la temperatura del recipiente tomador se



puede controlar pulverizando agua fría contra el exterior del recipiente tomador, o enfriando la cámara en la que se suele montar el recipiente tomador. El último método se puede efectuar, por ejemplo, disponiendo un flujo de agua que descienda por la pared interior de la cámara. Si la torta de hilo no se libera inmediatamente después de ácido y sales, su temperatura se debe mantener en un valor no mayor de 24°C.

Según la presente invención, el paquete de hilo se debe liberar de ácido y sales con ayuda de agua que tenga una temperatura menor de 20°C.

Esto se puede realizar haciendo pasar agua a través del paquete de hilo, bajo presión o mediante succión. Sin embargo, también se puede pulverizar agua sobre el paquete de hilo.

Según la presente invención, cuando se ha liberado de ácido y sales, el hilo de filamento se ha de enfriar estando sometido a tensión.

Esto se puede realizar desenrollando del paquete de hilo el hilo de filamento, que está libre de ácido y sales, y guiándolo posteriormente, sometido a tensión, a través de un túnel por el que se hace circular aire caliente. Sin embargo, también se puede guiar el hilo de filamento húmedo del paquete de hilo sobre uno o más rodillos calentados.

Con objeto de reducir su alargamiento a la rotura, el hilo de filamento se puede someter a un estirado posterior, según la presente invención, después de que se ha liberado de ácido y sales por lavado, y antes de secarlo.

Según la presente invención, se hila la viscosa en presencia de por lo menos un compuesto que proporciona hebras con estructura tipo película. Para mayor brevedad, tales com-

306513



puestos se mencionarán en lo sucesivo como modificadores.

El modificador puede estar presente en la viscosa o en el baño de hilado, o en ambos.

Se conoce una serie de modificadores que se pueden usar ventajosamente en el procedimiento según la presente invención. Son ejemplos de modificadores conocidos las aminas, compuestos de amonio cuaternario, carbamatos, polietilén glicoles, y éteres que tienen la fórmula  $RO(CH_2CH_2O)_nR'$ , donde R es un grupo alcoholo o arilo, R' es hidrógeno, un grupo alcoholo o arilo, y n está comprendido entre 1 y 4.

Son ejemplos de aminas la ciclohexilamina, quino - leína, etilén diamina, hexametilén diamina, dipropilén triamina, dodecilamina, dibutilaminopropilamina.

Son ejemplos de compuestos de amonio cuaternario el hidróxido de benciltrimetilamonio, hidróxido de tetraetilamonio, bromuro de tetraetilamonio, yoduro de tetraetilamonio, e hidróxido de tributilpropilamonio.

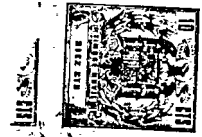
Son ejemplos de carbamatos el ciclohexilditio-carbamato sódico, fenilditio-carbamato sódico, morfolil-N-ditio-carboxilato sódico, ciclohexilmonotio-carbamato sódico.

Son polietilén glicoles adecuados aquellos que tienen un peso molecular comprendido entre 1000 y 4500.

Son ejemplos de éteres que tienen la fórmula  $RO(CH_2CH_2O)_nR'$  el fenoxietanol, etoxietanol, metoxietoxietanol y butoxietoxietanol.

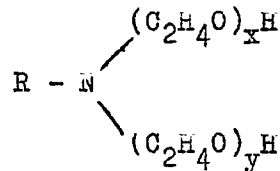
En un procedimiento de hilado según la presente invención se puede usar también, en lugar de un solo modificador, una pluralidad de modificadores al mismo tiempo.

Para obtener un procedimiento suave, se recomienda hilar la viscosa también en presencia de un compuesto que con



trarreste la aparición de defectos de hilado.

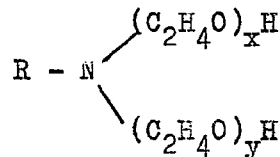
Estos son, generalmente, compuestos de catión activo, por ejemplo cloruro de laurilpiridinio, cloruro de este - arilpiridinio, yoduro de dodeciltrietilamonio, y compuestos  
5 que tienen la fórmula:



donde R es una cadena alifática con de 8 a 24 átomos de carbono,  
10 no, y  $x + y$  es igual a un número comprendido entre 5 y 25 (sin que  $x$  o  $y$  puedan ser igual a 0).

En un procedimiento según la presente invención que es muy satisfactorio, se hace uso de una viscosa que contiene un polietilén glicol y un compuesto que tiene la fórmula:

15



donde R es un grupo alcoholilo con de 8 a 24 átomos de carbono y  $x + y$  es igual a 25 (sin que  $x$  o  $y$  sean igual a 0).

20

Se prefiere además que la viscosa contenga cada una de estas dos sustancias en una cantidad igual por lo menos a 0,5% en peso, basado en la celulosa de la viscosa, y que el compuesto de nitrógeno se derive del aceite de soja, aceite de coco, o sebo ( $x + y$  es aproximadamente igual a 12).

25

Cuando se usan estos dos compuestos en combinación, la hebra obtenida presenta una resistencia óptima si la viscosa empleada tiene un contenido en celulosa no mayor de 9% en peso, un contenido total en álcali de 4 a 7% en peso (expresado como NaOH), y un índice de madurez Hottenroth de 11 a

30

18. La viscosa se debe extruir después en un baño de hilado a

306513



de 40°C a 60°C, que tenga un contenido en ácido sulfúrico (en % en peso) que sea igual a de 0,83 a 0,95 veces el contenido total en álcali (en % en peso) de la viscosa, un contenido en sulfato sódico comprendido entre 9 y 17% en peso, y un contenido en sulfato de cinc comprendido entre 3 y 10% en peso. El hilo de filamento así obtenido se descompone luego hasta una relación de xantato menor que 0,030, y se estira aproximadamente de 100 a 130% en un baño de ácido sulfúrico diluido a aproximadamente 95°C. Posteriormente, el hilo de filamento en movimiento se lava con agua hasta que tiene un pH comprendido entre 3,4, y 5,0 y una temperatura menor de 25°C, y se recoge en forma de torta en un recipiente tomador rotatorio, manteniéndose la torta a una temperatura no mayor de 24°C.

La torta se libera de ácido y sales a una temperatura menor de 20°C, después de lo cual el hilo de filamento se desenrolla de la torta y, mientras se mueve, se somete a estirado posterior de 8 a 12% en estado húmedo, y finalmente se seca bajo tensión sobre un rodillo rotatorio caliente.

La presente invención comprende también fibras cortadas obtenidas cortando los hilos de filamentos según la presente invención.

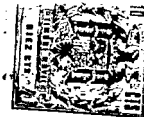
La presente invención se aclarará más mediante los siguientes ejemplos.

25

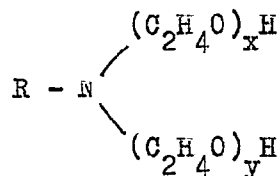
#### Ejemplo 1

Se hiló con un número Y igual a 45 y un índice de madurez Hottenroth igual a 14 una viscosa que tenía un contenido en celulosa igual a 7,3% en peso, un contenido total en álcali de 5,5% en peso (expresado como NaOH), una viscosi

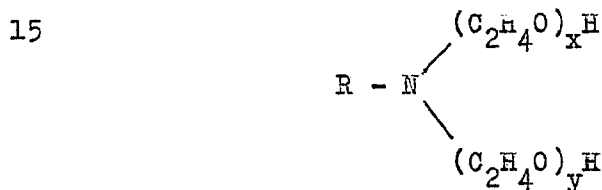
306513



dad de 140 poises, y que contenía 1,5% en peso (basado en la  
 celulosa de la viscosa) de polietilén glicol (modificador A)  
 que tenía un peso molecular medio igual a 3000, y 1,5% en pe-  
 so (basado en la celulosa de la viscosa) del compuesto que  
 5 tiene la fórmula



donde R - N se deriva del aceite de coco, y  $x + y = 12$ . El ba-  
 ño de hilado, a 50°C, contenía 4,9% en peso de ácido sulfúri-  
 10 co, 13% en peso de sulfato sódico, 4,5% en peso de sulfato de  
 cinc, 0,004% en peso de cloruro de laurilpiridinio, y 0,075%  
 en peso del anteriormente mencionado compuesto que tiene la  
 fórmula



El hilo de filamento que salía de la tobera de hi-  
 20 lar, que estaba provista de 1000 orificios de hilado, cada  
 uno de los cuales tenía un diámetro de  $60\mu$ , se guió a través  
 de un tubo sumergido en el baño de hilado.

El tubo consistía en dos secciones cilíndricas, te-  
 niendo una sección (la más cercana a la tobera) un diámetro  
 25 interior de 16,5 mm, y teniendo la segunda un diámetro inte-  
 rior de 20 mm.

El hilo se arrastró de la tobera mediante un rodi -  
 llo de campana que tenía una velocidad periférica de 30 m/min.

Después de salir el hilo del baño de hilado, se guió  
 30 a través de un baño a 95°C que contenía 2,5% en peso de ácido

306513



sulfúrico, 1% en peso de sulfato sódico y 0,5% en peso de sulfato de cinc. En este baño se estiró el hilo al 100%, mediante un segundo rodillo de campana cuya velocidad periférica era el doble que la del primer rodillo de campana. Después de salir  
5 el hilo de la segunda campana, tenía una relación de xantato igual a 0,010. Sobre la segunda campana, alrededor de la cual se hacía pasar el hilo en unas pocas vueltas, se pulverizó agua a 14°C. Después de salir el hilo de la segunda campana, tenía un pH de 4,0 y una temperatura de 14°C, y se recogió en  
10 un recipiente tomador. Se hizo fluir agua a 15°C en sentido descendente por la pared interior de la cámara en la que estaba montado el recipiente tomador. Durante el hilado la temperatura de la torta fué de 20°C. Una vez completado, la torta se almacenó durante 10 horas a 20°C, y luego se liberó de  
15 ácido y sales forzando el paso de agua a 12°C a través de la torta. El hilo, que había obtenido una torsión Z de 110 vueltas por metro, se extrajo de la torta en estado húmedo, y se guió a través de un baño de agua que contenía 0,3% en peso de parafina líquida, 0,3% en peso de estearato de butilo, y 0,4%  
20 en peso de aceite de cacahuet sulfatado. En este baño se sometió al hilo a un estiramiento posterior de aproximadamente 10%. El hilo sometido a estiramiento posterior se secó guiándolo bajo tensión sobre un rodillo rotatorio caliente. Finalmente, el hilo, que tenía un número de denier de 1650, se enrolló en un carrete.  
25

Posteriormente se sometió el hilo a una torsión Z de 470 vueltas por metro. Se plegaron juntos dos de tales hilos, con una torsión S de 470 vueltas por metro.

El cordón de refuerzo para cubiertas de neumáticos así obtenido tenía una resistencia de 18,9 kg en estado de  
30



seguedad absoluta.

5 a) Si el hilo de filamento abandonase el segundo baño teniendo una relación de xantato igual a 0,030, el cordón de refuerzo para cubiertas de neumático tendría solamente una resistencia de 18,2 kg en estado de sequedad absoluta. Esto muestra que para obtener un hilo para cubierta de neumático que tenga resistencia elevada, la relación de xantato del hilo de filamento debe ser menor de 0,030 cuando abandona el segundo baño.

10 b) Si después del segundo baño se lavarán los hilos de filamentos en la segunda campana con un agua cuya temperatura se variase de tal forma que los hilos obtenidos tuvieran una temperatura de 20, 25 y 40°C respectivamente, la resistencia del cordón de refuerzo para cubiertas de neumático en estado de sequedad absoluta sería igual a 18,8, 18,6 y 18,3 kg, respectivamente. Se aprecia que para obtener un cordón de refuerzo para cubiertas de neumático que tenga resistencia elevada, la temperatura del hilo debe ser menor de 25°C.

### Ejemplo 2

20 El procedimiento fué el mismo descrito en el Ejemplo 1, salvo en las siguientes condiciones. Después de salir el hilo de filamento del segundo baño, tenía una relación de xantato igual a 0,012. La temperatura del agua pulverizada sobre la segunda campana fué 16°C. La temperatura del hilo después de la segunda campana fué también 16°C. Durante el hilado, la temperatura de la torta de hilo fué 15°C.

30 El número de vueltas de los hilos de filamento cuando pasaban alrededor de la segunda campana se varió de tal forma que el pH de los hilos de filamentos, después de salir de

306513



dicha campana, fué igual a 3,1, 3,4 y 5,0, respectivamente. La resistencia en estado de sequedad absoluta de los cordones de refuerzo para cubiertas de neumático fué 18,5, 18,8 y 18,8 kg, respectivamente. Esto muestra que si el hilo de filamento tiene después de la segunda campana un pH comprendido entre 3,4 y 5,0, el cordón de refuerzo para cubiertas de neumático hecho a partir de tal hilo tiene una resistencia elevada.

a) Se repitió el experimento, salvo en que el pH del hilo de filamento, después de salir de la segunda campana, fué igual a 3,7. Además, la torta se lavó con agua a 25°C, en lugar de con agua a 12°C. El cordón de refuerzo para cubiertas de neumático tenía una resistencia de 18,3 kg. Está claro que el aumento de la temperatura del agua de lavado hasta 25°C tiene un efecto desfavorable sobre la resistencia del cordón de refuerzo para cubiertas de neumático en estado de sequedad absoluta.

#### Ejemplo 3

El procedimiento fué el mismo descrito en el Ejemplo 1, salvo en que durante el hilado se mantuvo la temperatura de la torta a 27°C, en lugar de a 20°C.

La resistencia del cordón de refuerzo en estado de sequedad absoluta fué 18,6 kg. Por tanto, la temperatura de 27°C es demasiado alta para obtener un cordón de refuerzo para cubiertas de neumático que tenga una resistencia elevada.

#### Ejemplo 4

a) El procedimiento fué el mismo descrito en el Ejemplo 1, salvo en que no se liberó de ácido a la torta. El cordón

306513



de refuerzo tuvo una resistencia de 18,0 kg, lo que es considerablemente más bajo que la del cordón de refuerzo del Ejemplo 1. Por tanto, es necesario el lavado del hilo de tal forma que esté libre de ácido.

5                   b) El procedimiento fué el mismo descrito en el Ejemplo 1, salvo en que el hilo de filamento se secó estando en estado de relajación. La resistencia del cordón de refuerzo fué ahora de 18,3 kg, lo que es considerablemente menor que la del cordón de refuerzo para cubiertas de neumático del  
10 Ejemplo 1.

#### Ejemplo 5

a) El procedimiento fué el mismo descrito en el Ejemplo 1, salvo en que no se almacenó la torta, sino que se  
15 liberó de ácido y sales inmediatamente después de haberla extraído del recipiente tomador.

La resistencia del cordón de refuerzo para cubiertas de neumático fué igual a 18,9 kg.

b) El procedimiento fué el mismo descrito en el  
20 Ejemplo 1, salvo en que la torta se almacenó durante 10 horas a 27°C, en lugar de durante 10 horas a 20°C. La resistencia del cordón de refuerzo fué de 18,6 kg. Los experimentos muestran que se puede liberar la torta de ácido por lavado sin pérdida de tiempo. Pero también muestran que una temperatura de almacenamiento de 27°C tiene un efecto desfavorable  
25 sobre el hilo.

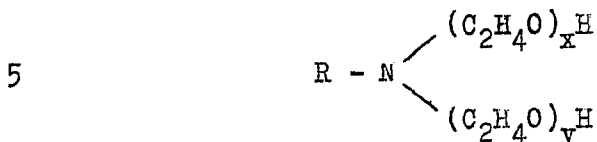
#### Ejemplo 6

El procedimiento fué análogo al descrito en el Ejemplo 1, salvo en que la viscosa contenía 2% en peso (basado en  
30

306513



la celulosa de la viscosa) de modificador de quinoleína B, y 1% en peso (basado en la celulosa de la viscosa) del compuesto que tiene la fórmula:



donde R - N se deriva del aceite de coco, y  $x + y = 12$ . La resistencia del cordón de refuerzo para cubiertas de neumático en estado de sequedad absoluta fué 18,7 kg.

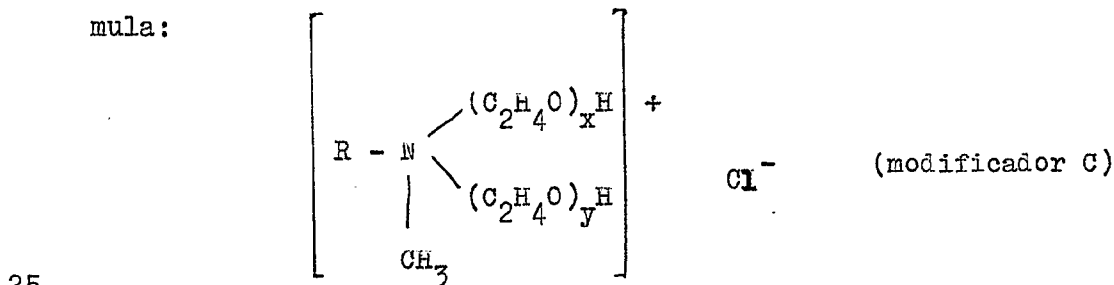
10 a) Si después de haberlo lavado en el rodillo, el hilo tuviera una temperatura de 35° C, y se mantuviera la torta a una temperatura de 29°C durante el hilado y almacenamiento, la resistencia del cordón de refuerzo para cubiertas de neumático sería considerablemente menor, concretamente 18,0

15 kg.

Ejemplo 7

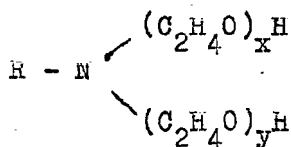
El procedimiento fué análogo al descrito en el Ejemplo 1, salvo en que la viscosa contenía 1,5% en peso (basado en la celulosa de la viscosa) del compuesto que tiene la fórmula:

20



donde R - N se deriva del aceite de coco y  $x + y = 12$ , y 1,5% en peso (basado en la celulosa de la viscosa) del compuesto que tiene la fórmula:

306513



donde R -N se deriva del aceite de coco, y  $x + y = 12$ .

Más aún, la hebra se trató en la segunda campana con  
5 una solución de bicarbonato sódico ( $\text{pH} = 7,5$ ), hasta que la  
hebra tuvo un pH igual a 4,0.

La resistencia en estado de sequedad absoluta del  
cordón de refuerzo para cubiertas de neumático fué 18,5 kg.

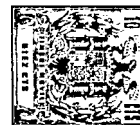
a) Si la temperatura del agua con la que se libe-  
10 ra a la torta de ácido y sales fuera 26°C en lugar de 12°C,  
la resistencia del cordón de refuerzo para cubiertas de neu-  
mático sería igual a 17,8 kg, lo que es considerablemente más  
bajo.

Los resultados de los diversos experimentos se mues-  
15 tran en la tabla.



306513

Ejem- plo. n.º	Modi- fica- ción	Rele- ción de xan- tato	Tempe- ratura del hi- lo, ºC	pH del hilo	Temperatura de la torta durante el haleado, ºC	Temperatura de almace- namiento de la torta, ºC	Temperatu- ra del agua de lavado, ºC	Estiramiento posterior, %	Secado	Resistencia, kg
I	a	0,010	14	4,0	20	20	12	10	bajo tensión	18,9
	idem	0,030	idem	idem	idem	idem	idem	idem	idem	18,2
	b	0,010	20	idem	idem	idem	idem	idem	idem	18,8
	idem	idem	25	idem	idem	idem	idem	idem	idem	18,6
	idem	idem	40	idem	idem	idem	idem	idem	idem	18,3
2	a	0,012	16	3,1	15	20	12	10	bajo tensión	18,4
	idem	idem	idem	3,4	idem	idem	idem	idem	idem	18,8
	idem	idem	idem	5,0	idem	idem	idem	idem	idem	18,8
	a	idem	idem	3,7	idem	25	25	idem	idem	18,3
3	a	0,010	14	4,0	27	20	12	10	bajo tensión	18,6
4	a	0,010	14	4,0	20	20	no se lavó	10	bajo tensión	18,0
	b	idem	idem	idem	idem	idem	12	idem	relajado	18,3
5	a	0,010	14	4,0	20	no se alma- ceró	12	10	bajo tensión	18,9
	b	idem	idem	idem	idem	27	idem	idem	idem	18,6
6	a	0,010	14	4,0	20	20	12	10	bajo tensión	18,7
	idem	idem	35	idem	29	29	idem	idem	idem	18,0
7	a	0,010	14	4,0	20	20	12	10	bajo tensión	18,5
	idem	idem	idem	idem	idem	idem	.26	idem	idem	17,8



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, con fecha 29 de Noviembre de 1963, bajo el nº 301.152, 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 la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Procedimiento para la manufactura de hilo de filamento de celulosa regenerada, el cual procedimiento comprende extruir viscosa, en presencia de por lo menos un compuesto que proporciona filamentos con estructura tipo película, en un baño de hilado que contiene ácido sulfúrico, sulfato sódico y de 3 a 10% en peso de sulfato de cinc; descomponer y estirar después el hilo de filamento recientemente  
20 hilado, en un segundo baño caliente que contiene ácido diluido; recoger el hilo de filamento estirado, en forma de paquete de hilo sin núcleo rígido; dar un tratamiento posterior al paquete de hilo; y, finalmente, secar el hilo de filamento;  
25 caracterizado por el hecho de que el hilo de filamento, después de salir del segundo baño, tiene una relación de xantato que es menor que 0,030, y de que después del segundo baño la temperatura, en grados centígrados, y el pH de la hebra en movimiento se cambian hasta un valor menor de 25°C y  
30 hasta un valor comprendido entre 3,4 y 5,0, respectivamente,

306513



y por el hecho de que durante el hilado, y probablemente después del mismo, el paquete de hilo se mantiene a una temperatura no mayor de 24°C, y de que el paquete de hilo se libera de ácido y sales con ayuda de agua que tiene una temperatura menor de 20°C, y, finalmente, de que el hilo de filamento se seca bajo tensión.

2.- Procedimiento según el punto 1, caracterizado por el hecho de que después del segundo baño se trata con agua al hilo de filamento.

10 3.- Procedimiento según el punto 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el paquete de hilo, forma en la que se recoge el hilo en un recipiente tomador rotatorio, se mantiene durante el hilado a una temperatura no mayor de 24°C, pulverizando agua contra la parte exterior del recipiente tomador.

15 4.- Procedimiento según el punto 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el paquete de hilo, forma en la que se recoge el hilo en un recipiente tomador, se mantiene durante el hilado a una temperatura no mayor de 24°C, refrigerando la cámara en la que se monta el recipiente tomador.

20 5.- Procedimiento según el punto 1, 2, 3 ó 4, caracterizado por el hecho de que el secado se efectúa guiando el hilo de filamento, bajo tensión, sobre uno o más rodillos calentados.

25 6.- Procedimiento según el punto 1, 2, 3 ó 4, caracterizado por el hecho de que el secado se efectúa guiando el hilo de filamento, bajo tensión, a través de un túnel por el que se hace circular aire caliente.

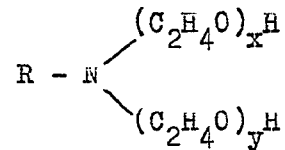
30 7.- Procedimiento según el punto 1, 2, 3, 4, 5 ó 6, caracterizado por el hecho de que, después de que se ha libe-

306513



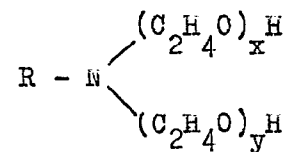
rado de ácido y sales con ayuda de agua, y antes de secarlo, el hilo de filamento se somete a estirado posterior.

8.- Procedimiento según el punto 1, 2, 3, 4, 5, 6 ó 7, caracterizado por el hecho de que la viscosa contiene un polietilén glicol y un compuesto que tiene la fórmula:



donde R es un grupo alcoholo con de 8 a 24 átomos de carbono, y  $x + y$  es igual a un número comprendido entre 5 y 25 (sin que  $x$  o  $y$  puedan ser igual a 0).

9.- Procedimiento según el punto 8, caracterizado por el hecho de que la viscosa contiene por lo menos 0,5% en peso (basado en la celulosa de la viscosa) de un polietilén glicol que tiene un peso molecular aproximadamente igual a 3000, y por lo menos 0,5% en peso (basado en la celulosa de la viscosa) del compuesto que tiene la fórmula:



donde R se deriva del aceite de soja, aceite de coco o sebo, y  $x + y$  es igual a aproximadamente 12.

10.- Procedimiento según el punto 8 ó 9, caracterizado por el hecho de que la viscosa, que tiene un contenido en celulosa no mayor del 9% en peso y un contenido total en álcali comprendido entre 4 y 7% en peso (expresado como NaOH), se somete a extrusión, con un índice de madurez Hottenroth comprendido entre 11 y 18, en un baño de hilado a de 40 a 60°C que tiene un contenido en ácido sulfúrico (en % en peso) que es de 0,83 a 0,95 veces el contenido total en álcali de

306513



la viscosa (en % en peso), un contenido en sulfato sódico de 9 a 17% en peso, y un contenido en sulfato de cinc de 3 a 10% en peso; y de que el hilo de filamento formado se sigue descomponiendo hasta una relación de xantato menor de 0,030, y se estira aproximadamente de 100 a 130% en un baño de ácido sulfúrico diluído a aproximadamente 95°C; y de que, sucesivamente, el hilo en movimiento se lava con agua hasta que tiene un pH comprendido entre 3,4 y 5,0 y una temperatura menor de 25°C, y se recoge en forma de torta en un recipiente tomador rotatorio, manteniéndose la torta a una temperatura no mayor de 24°C, y se libera la torta de ácido y sales con ayuda de agua que tiene una temperatura menor de 20°C, y se desenrolla el hilo de filamento de la torta y, mientras se encuentra en movimiento, se somete a estiramiento posterior de 8 a 12% en estado húmedo y, finalmente, se seca sobre un rodillo rotatorio caliente.

11.- Procedimiento para la manufactura de hilo de filamento de celulosa regenerada.

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

La presente Memoria consta de diecinueve hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 de Mayo de 1928

PPR. M. O.