

327920



327920

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

por "PROCEDIMIENTO, CON SU DISPOSITIVO REALIZADOR, PARA LA PRODUCCIÓN DE HILOS Y FIBRAS A PARTIR DE CELULOSA REGENERADA", a favor de la firma alemana PHRIX-WERKE Aktiengesellschaft, domiciliada en HAMBURG 36 - "Stephansplatz 10" - Alemania.

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento, con su dispositivo realizador, para la producción de hilos y fibras a partir de celulosa regenerada.

- El empleo de formaldehído para la estabilización del ácido xantogénico de la celulosa que se produce en la hilatura de la viscosa en baños de hilatura ácidos, exentos de cinc, mediante la estabilización, es en sí conocido. Empleando xantogenato de celulosa altamente sustituido, con valores gamma superiores a 80, se obtienen por este principio hilos, que pueden ser estirados en baños calientes hasta un 300 a 500%, presentando una
- 5.
- 10.



94 35

resistencia mecánica muy elevada y una dilatación extremadamente baja. La estabilización de ácido xantogénico de celulosa, altamente sustituido mediante estabilización, si bien origina una mejora de la aptitud de estirado de los hilos, plantea en cambio una serie de problemas difíciles en la regeneración de la celulosa.

5.

El grado de sustitución de la celulosa después del estirado, es sustancialmente más alto que en ausencia de formaldehído. Si se prescinde de un desdoblamiento amplio de los grupos

10.

de xantatos restantes mientras el cable de hilatura se encuentra todavía bajo tensión, entonces la regeneración no tiene lugar hasta después del corte del cable ó de introducir el hilo sin fin en la centrífuga, es decir, en estado destensado, Esta descomposición del xantato residual en estado destensado tiene

15.

como consecuencia una disminución de la orientación de los cristallitos de la celulosa provocada por el estirado, es decir, pérdidas de resistencia mecánica de los hilos y de las fibras. Aparte de esto, los hilos con una sustitución residual demasiado elevada tienden, durante la descomposición en estado destensado, a que sus capilares sueltas se peguen entre sí formando manojos de finras similares a un título basto.

20.

Es preciso, por lo tanto, poner condiciones a la acción del baño de estirado, que resultan contrarias entre sí y difíciles de cumplir. Por una parte, para hacer posible un estiramiento máximo del cable se pretende que la descomposición del xantato permanezca pequeña, mientras que, por otra parte, el xantato debe descomponerse ampliamente después del estirado, mientras el cable de hilatura se halla todavía bajo tensión.

25.

Mediante el presente invento se satisfacen estas pretensiones de una manera sencilla. De acuerdo con el invento, los

30.



14

hilos coagulados son estirados sucesivamente en vapor de agua de 95 a 110° y en agua caliente de 70 a 95°, hasta alcanzar de 300 a 500% de su longitud primitiva. A este respecto es conveniente que el hilo sea conducido directamente desde la atmósfera de vapor de agua, al baño de agua caliente.

5.

La intercalación de un corto trayecto de vaporización delante del baño de agua caliente usual como medio de estirado en los procedimientos de dos baños, garantiza una sucesión favorable de estirado y descomposición del cable. El trayecto de vaporización y el baño de agua caliente deben convenientemente sucederse sin transición alguna, de modo que la plasticidad del cable determina las zonas de estirado preponderante y de descomposición preponderante. Esta falta de transición entre el trayecto de vaporización y el baño de agua caliente es, por consiguiente, preferible a una rotunda separación entre estirado y descomposición del cable mediante la intercalación de un órgano de retirada.

10.

15.

El procedimiento conforme al invento es especialmente ventajoso en combinación con un procedimiento de hilatura en sí conocido, en el que los hilos de una viscosa^{no} madurada con un contenido de celulosa de 4 a 7%, un factor alcalino de 1.0 a 1.4 y un valor γ superior a 70, son coagulados mediante hilado en un baño de hilatura frío, exento de sales de metales pesados, que contiene 60 a 90 de ácido sulfúrico por litro, 5 a 15 g. de formaldehído por litro y 100 a 150 g. de sulfato sódico por litro. Resultados especialmente favorables se obtienen cuando la viscosa presenta contenidos de celulosa de 4,5 a 5,5%, un factor alcalino de 1,25 a 1,35 y un valor γ superior a 80, y cuando el baño de hilatura se encuentra a una temperatura de 23 a 27°C. y contiene 68 a 72 g. de ácido sulfúrico por litro, 10 a 13 g. de formaldehído por litro y 130 a 140 g. de sulfato sódico por

20.

25.

30.

14 JUL 1966



litro.

El funcionamiento del procedimiento conforme al invento, consistente en el estirado en caliente en vapor y agua caliente, así como la descomposición del xantogenato, se desprenden de los valores analíticos del cable de hilatura después de su tratamiento en distintos medios de estirado, o bien antes del estirado, valores que han sido comunicados en el ejemplo.

Antes de penetrar en el tubo de vapor (análisis D), contiene el cable de hilatura mucho formaldehído y mucho ácido sulfúrico; el grado de sustitución es relativamente elevado. Después del paso a través del tubo de vapor (análisis C), en el que el cable recibe completamente el estirado, son todavía elevados los contenidos de formaldehído y ácido, y el grado de sustitución solamente ha descendido a 55% del valor original. Los contenidos de formaldehído y de ácido estabilizan el ácido xantogénico de celulosa metilolado durante la recepción del estirado total en vapor de 99°C.

Cuando después de este tratamiento al vapor, se descompone el cable de hilatura en estado destensado, entonces se rebaja el grado anteriormente elevado de orientación de las moléculas de celulosa; la calidad de las fibras obtenidas ha mermado.

Las circunstancias son otras en el estirado en un baño de agua caliente de 87°C. y con contenido de 3.9 g/l. de SO_4H_2 y 1.5 g/l. de CH_2O , sin anteponer un trayecto de vaporización (análisis B). El contenido de formaldehído del cable se reduce fuertemente, el ácido es eliminado ampliamente por el lavado y la descomposición del ácido xantogénico de celulosa metilolado progresa en alto grado. Falta aquí, por lo tanto, la influencia estabilizante del formaldehído y del ácido, y prepondera la acción de descomposición. Por ello no se puede conseguir en solo



el baño de agua caliente el mismo estirado que en la combinación vapor/agua caliente o que en el vapor solo, puesto que la descomposición del ácido xantogénico de celulosa metilolado discurre más rápidamente que en el tubo de vapor. La calidad de la fibra es inferior.

5.

Empleando la combinación conformé al invento de tubo de vapor y baño de agua caliente para el estirado del cable de hilatura, se consigue la descomposición total del cable (análisis A). La calidad de las fibras es mejor que empleando solamente el tubo de vapor o únicamente el baño de agua caliente.

10.

Mediante el estirado de los cables de hilatura en el vapor, se expulsa además en alto grado el contenido de ácido sulfúrico del cable. No tienen lugar, por consiguiente, indeseables acciones recíprocas entre el ácido sulfúrico y formaldehído formando en el baño de agua caliente polímeros de tioformaldehído que son insolubles en agua, con lo que el contenido en el cable de hilatura de compuestos de azufre insolubles en agua, permanece inferior a cuando se emplea únicamente un baño de agua caliente,

15.

Un dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento conforme al invento está constituido por un tubo cargado de vapor de agua, resistente frente a los ácidos el formaldehído y temperaturas de hasta 110°C., y que está dispuesto entre un rodillo superior y un baño de agua caliente. Convenientemente se dispone el tubo de vapor perpendicularmente entre el rodillo superior y el baño de agua caliente. Cuando su extremo inferior se sumerge en el baño de agua caliente, queda cerrado con ello hidráulicamente y asegura el paso directo del cable de hilatura desde la zona de vaporización al baño de agua caliente.

25.

Asimismo contiene el dispositivo un órgano inversor, dispuesto ventajosamente en el baño de agua caliente y que no está

30.

14 JUN



impulsada, de modo que el estirado aplicado entre el rodillo de retirada de la máquina de hilatura y el órgano de retirada final, se distribuye sin escalones entre el trayecto de vaporización y el de agua caliente. Más del 90% del estirado total del cable tiene con ello lugar y en el tubo de vaporización, que funciona con vapor a baja presión, mientras que el baño de agua caliente actúa ya sustancialmente tan solo en forma de descomposición de los grupos de xantatos del cable de hilatura.

5. En el dibujo ha sido representado un dispositivo apropiado para el presente invento. Entre el rodillo de retirada 2 de la máquina de hilatura y el baño de agua caliente 5 está montado, de manera apropiada, un tubo 3 provisto de empalme 4 para el vapor y a través del cual es hecho pasar el cable de hilatura 1. Para facilitar el comienzo de la hilatura, se halla el tubo de vapor dispuesto verticalmente entre el rodillo superior y el baño de agua caliente, con objeto de que el cable pueda ser hecho pasar en caída libre a través del tubo de vapor. Después de su paso por el tubo de vapor, es conducido el cable por un órgano de inversión 6, no accionado, al baño de agua caliente, del que es sacado por el órgano de retirada final 7.

EJEMPLO.

Una viscosa que contenía 5,14% de celulosa y 6,57% de NaOH, y obtenida mediante el empleo de 64,3% de sulfuro de carbono, fué hilada a un valor gamma de 88,0 y con una viscosidad de 113 segundos (caída de bola) a través de una tobera con 3600 agujeros de 60/u de diámetro, en un baño acuoso caliente de precipitación, que por cada litro contenía 73,2 g. de H₂SO₄, 129 g. de Na₂SO₄ y 11,8 g. de formaldehído. La longitud de inmersión de los hilos en el baño fué de 12 cm. El cable producido, con 3500 filamentos individuales, fué retirado del baño mediante un rodillo



a una velocidad de 7 m/minuto y conducido al rodillo superior, que giraba a 13 m/minuto. El cable pasó desde allí a través de un tubo de vidrio de 30 mm. de diámetro interior y de una longitud de 800 mm., que estaba cargado con vapor a baja presión

5. (99°C.) y cuyo extremo inferior estaba sumergido 20 mm. en un baño de agua caliente que contenía 3,9 g/l. de SO_4H_2 y 1,5 g/l. de CH_2O . Con ello pasó el cable desde la zona de vaporización directamente al baño de agua caliente a 87°C., en el que fué desviado 90° por un guiahilos y al que abandonó después de un recorrido de 3000 mm. Fué conducido al órgano de retirada final, que giraba a una velocidad de 34,3 m/minuto. El cable fué cortado entonces de la manera usual en fibras de 40 mm. de largo, no desazufrada, descompuesto a 79° en un ácido que contenía 2 g/l. de SO_4H_2 , blanqueado, avivado y secado. El material fibroso estaba exento de capilares individuales pegados entre sí.
- 10.
- 15.

En las mismas condiciones de procedimiento se confeccionó de nuevo una fibra, pero estirándose únicamente en el tubo de vaporización a 390%, sin tratamiento ulterior en baño de agua caliente. El material fibroso presentó capilares individuales pegados entre sí.

20.

En la Tabla I siguiente se ha registrado en A el resultado del análisis del cable de hilatura obtenido conforme al invento, mediante estirado en vapor de agua y en agua caliente. Los valores de análisis correspondientes para un cable de hilatura estirado únicamente en agua caliente han sido designados con B, mientras que los valores obtenidos con el cable de hilatura estirado exclusivamente en vapor, se han designado con C. Como comparación se ha indicado en D el resultado del análisis del cable de hilatura antes del estirado.

25.

14



Tabla I

Composición del cable de hilatura después de diversos estirados.
(Los datos correspondientes responden a porcentajes en peso del contenido de celulosa)

	<u>CS₂ total</u>	<u>Xantato-CS₂</u>	<u>Formaldehido</u>	<u>H₂S</u>	<u>H₂SO₄</u>
5.					
A	9,14	3,73	2,78	0,039	0,03
B	12,8	6,35	3,91	0,046	0,01
C	28,2	17,1	11,60	0,113	8,75
D	43,1	31,4	15,05	0,566	18,40

10. En la Tabla II se han registrado las propiedades de las fibras terminadas, y también aquí se han indicado en A las propiedades de las fibras estiradas conforme al invento, en B las estiradas únicamente en un baño de agua caliente, y en C las de las estiradas exclusivamente en vapor.

15.

Tabla II

Propiedades de las fibras:

	<u>Título indi- vidual en den</u>	<u>Contenido de S %</u>	<u>Resistencia mecánica cond. húmeda Rkm</u>	<u>Alargamiento de rotura cond. húmedo %</u>	<u>Resistencia de los nudos Rkm</u>
20.					
A	1,21	0,005	47,8 36,7	7,8 7,9	9,2
B	1,37	0,03	39,2 28,7	10,7 11,5	7,6
C	1,31	0,008	42,1 31,9	11,2 11,6	7,8

Puede apreciarse que el procedimiento de acuerdo con el invento proporciona un aumento notable de los valores textiles.



N O T A

Hecha la descripción del presente invento se hace constar, que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud de -Patente alemana P 37483 IVc/29 b., depositada el 19 de Agosto de 1965, y que se declaran como nuevas y de propia invención

5. las reivindicaciones siguientes:

1.- Procedimiento, con su dispositivo realizador, para la producción de hilos y fibras a partir de celulosa regenerada, empleando un baño de precipitación con contenido de formaldehído, c a r a c t e r i z a d o porque los hilos coagulados son estirados en 300 a 500% de su longitud primitiva, pasando para ello sucesivamente por vapor de agua de 95 a 110° y agua caliente de 70 a 95°.

15. 2.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, c a r a c t e r i z a d o porque los hilos coagulados son conducidos desde el trayecto de vaporización directamente al baño de agua caliente.

20. 3.- Procedimiento, de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, c a r a c t e r i z a d o porque los hilos se fabrican mediante coagulación de una viscosa no madurada, con un contenido de celulosa de 4 a 7, en especial de 4,5 a 5,5%, con un factor alcalino de 1.0 a 1.4, en especial de 1,25 a 1,35, y con un valor gamma superior a 70, en especial superior a 80, en un baño de hilatura frío, preferentemente a temperaturas de 25 a 27°C., exento de sales de metales pesados y que contiene de 60 a 90, en especial de 68 a 72 g. de ácido sulfúrico por litro, 25. de 5 a 15, en especial de 10 a 13 g. de formaldehído por litro, y de 100 a 150, en especial de 130 a 140 g. de sulfato sódico por litro.



14 JUN

- 4.- Procedimiento, para cuya realización, de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, se emplea un dispositivo caracterizado por constar de un tubo consistente en un material resistente a los ácidos, al formaldehído y a temperaturas hasta de 110^o, cargado con vapor de agua, estando este tubo dispuesto entre un rodillo superior y el baño de agua caliente.
- 5.- Procedimiento, para cuya realización, de acuerdo con la reivindicación 4, el referido dispositivo tiene el expresado tubo de vaporización dispuesto verticalmente entre los expresados rodillo superior y baño de agua caliente.
- 6.- Procedimiento, para cuya realización, de acuerdo con las reivindicaciones 4 o 5, el referido dispositivo tiene el expresado tubo de vaporización dispuesto de tal manera que su extremo inferior está sumergido en el baño de agua caliente.
- 7.- Procedimiento, de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, cuyo dispositivo realizador tiene en el precitado baño de agua caliente, montado en este baño, un rodillo de inversión, no accionado, para el hilo.
- 8.- Procedimiento, con su dispositivo realizador, para la producción de hilos y fibras a partir de celulosa regenerada.
- Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diez hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara y de una lámina de dibujos.

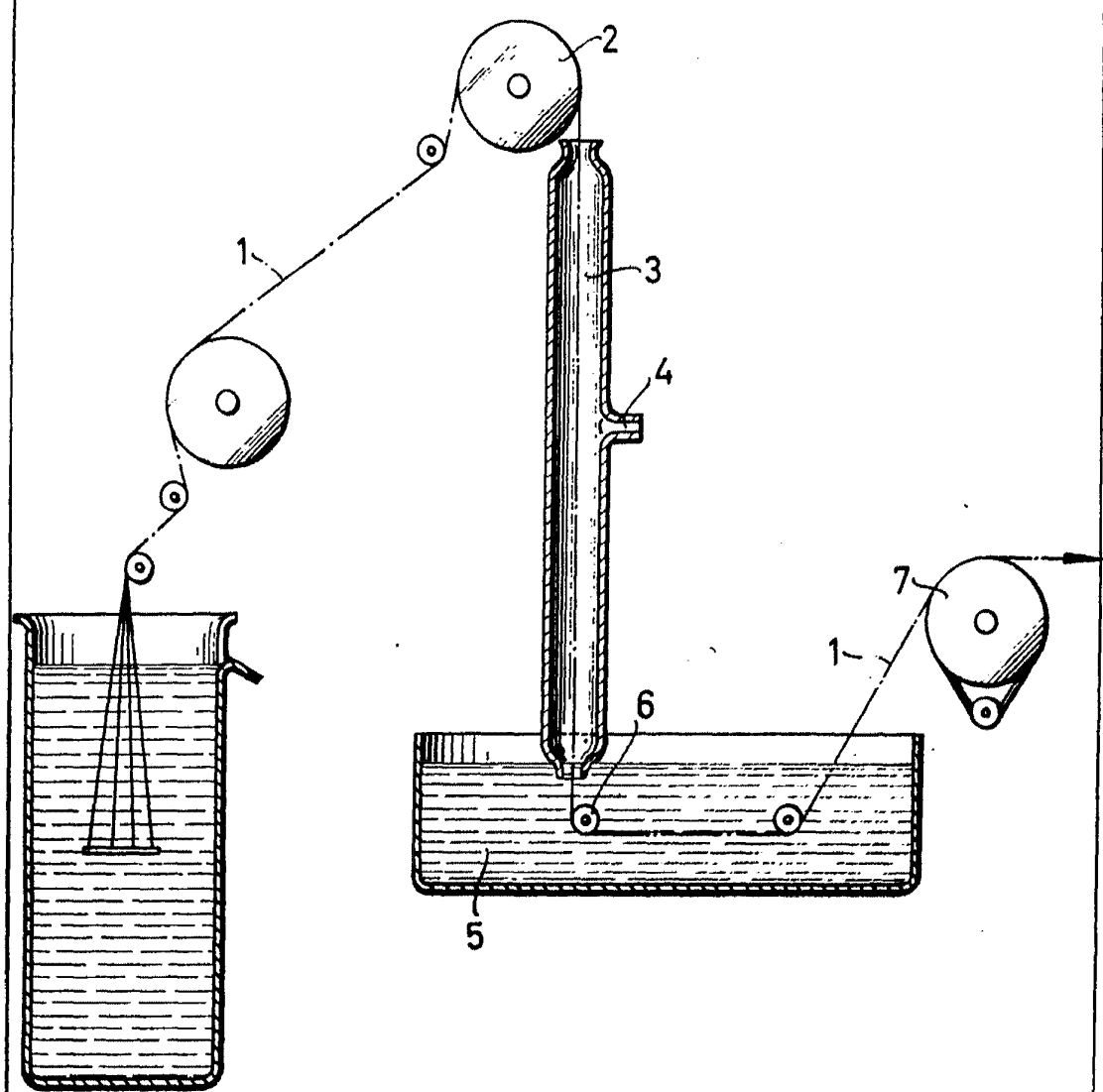
Madrid, a 14 JUN. 1966

PHRIX-WERKE Aktiengesellschaft

p. a. JAIMÉ ISERN

Firmado por LUIS REY PADILLA

14 JUN. 1906



Madrid, a 14 JUN. 1906

GABRIEL ISERN

R. D.

Escritor (no se sabe)

Escala variable