



33294

PATENTE DE INVENCION

N.(6159)IM/E.5544.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"PROCEDIMIENTO DE BLANQUEO DE HILOS, FIBRAS  
Y FILAMENTOS DE RAYON VISCOSO".

*Solicitante:* SNIA VISCOSA SOCIETA' NAZIONALE INDUSTRIA  
APPLICAZIONI VISCOSA S.p.A., entidad italiana,  
residente en: Via Cernaia, 8, MILAN, Italia.

5. El presente invento se refiere a un procedimiento para la ejecución de los tratamientos denominados de desulfuración y de blanqueo de hilos, filamentos y fibras de rayon viscoso, procedimiento que permite la desulfuración y el blanqueo, ya sea de los



hilos y filamentos destinados a ser transformados posteriormente en "mecha", ya sea de los hilos y filamentos destinados a la utilización en forma de hilos continuos, siendo el tratamiento, según el invento, en este caso, aplicable incluso a los hilos y filamentos enrollados en bobinas y en madeja.

Sabido es que, en la actualidad, los hilos e hilados de rayon, en la condición en que se encuentran a la salida del baño de coagulación, deben someterse en general a una serie de operaciones, en primer lugar de desulfuración en líquido alcalino -de manera típica, en solución de sosa cáustica, carbonato sódico y sulfato sódico- y a continuación de blanqueo, en general en soluciones de hipocloritos. Estas operaciones deben alternar con fases de lavado y, en particular, cuando se efectúan sobre la mecha, incluso con fases de secado. De cualquier forma, esta serie de operaciones exige un tiempo considerable y el empleo de varias instalaciones complejas. Además, el escaso poder de penetración de los agentes líquidos utilizados impone limitaciones en los que respecta al tiempo de tratamiento, dimensiones, cantidad, etc., de las materias a tratar. Por ejemplo, cuando se opera sobre madejas, las dimensiones y el grado de secado de éstas deben mantenerse dentro de límites establecidos de antemano.

Es bien conocida, según la técnica y la literatura publicada al respecto, la fase de desulfuración en solución alcalina -mencionada más arriba- en la cual el azufre, en sus diversas formas, es eliminado del producto. A esta fase sigue, después del lavado previo



con agua depurada, según se indica, un tratamiento de blanqueo en soluciones de hipocloritos en general, que sirve para eliminar la coloración nociva del hilo en esta fase.

5. Según el invento, se ha comprobado con sorpresa que puede obtenerse una acción completa y extremadamente eficaz tratando dichos hilos o hilados por un agente oxidante en estado gaseoso, de una manera típica, por cloro gaseoso u otros gases eventuales
10. que posean un poder oxidante, tales como, por ejemplo, el bióxido de cloro, el oxígeno o el aire ozonizados, y similares. Se ha comprobado igualmente con sorpresa que un tratamiento por agentes oxidantes en las condiciones mencionadas, efectuado sobre hilos o hilados
15. esencialmente como los que provienen de la hilatura, permite alcanzar en un tiempo de tratamiento extremadamente breve, del orden de algunos minutos, un grado de pureza y de blancura muy elevado.

20. El o los gases oxidantes pueden diluirse con gases o vapores esencialmente inertes a la acción oxidante, o escasamente activos en las condiciones del tratamiento.

25. Los hilados obtenidos con ayuda de dicho tratamiento se presentan prácticamente desulfurados, es decir con un contenido de azufre, o compuestos sulfu-  
rados, insignificante o, de cualquier forma, que entra dentro de los límites aceptables en este campo, pudiendo, pues, omitirse un tratamiento de desulfuración específica, aunque su ejecución a título auxiliar y eventualmente en medida reducida, no sea susceptible de
- 30.



exclusión.

5. El empleo del cloro en estado gaseoso resulta conveniente, tanto desde el punto de vista de economía del tratamiento, como por otras razones que se explican más adelante, combinándose la acción blanqueadora del cloro, siempre en medio gaseoso, con la acción desulfurante, la cual, como queda dicho, permite reducir o eliminar el azufre -o los compuestos sulfurados- en las diversas formas bajo las cuales se presenta en el hilo.

10. Debe entenderse que, por la expresión "acción desulfurante", tal y como se ha empleado en los fines del presente invento, se quiere significar una acción que no implica desnecesariamente la eliminación material de todo el azufre presente bajo forma elemental o de compuesto, pero que sí lleva consigo la transformación del azufre y de los compuestos sulfurados presentes originalmente, en otros compuestos no nocivos y sucesivamente eliminables en el curso de ulteriores tratamientos y lavados conocidos.

15. El procedimiento característico, según el invento, que se realiza en presencia de agentes oxidantes gaseosos, puede efectuarse con preferencia sobre hilos y filamentos continuos, ya sea mientras éstos son alimentados en forma de cintas, para ser sucesivamente reducidos a mecha o enrollados en bobinas, o bien cuando dichos hilos y filamentos se encuentran en estado enrollado, por ejemplo, en la forma designada bajo el nombre de "madejas", o en bobinas.

20. Se ha comprobado además que el empleo del

25.

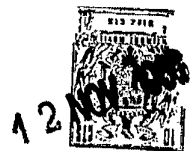
30.



- agente oxidante en forma gaseosa, permite eliminar prácticamente cualquier límite dimensional y/o de secado de la masa de hilos o filamentos a tratar. En particular, el procedimiento, según el invento, puede
5. efectuarse con preferencia sobre cintas de hilos o filamentos de un denier global muy elevado, así como sobre madejas de importantes dimensiones y de un elevado grado de secado, sin que ello pueda perjudicar la uniformidad del tratamiento y el elevado grado de
10. blancura en todos los puntos de la masa tratada, puesto que el gas puede penetrar rápidamente por toda la masa en tratamiento.

- Cuando el procedimiento del invento se efectúa sobre hilos continuos unidos en forma de cinta, destinados, por ejemplo, a la ulterior transformación en mecha, estos hilos pueden alimentarse convenientemente mediante un movimiento con preferencia -pero no exclusivamente- descendente en el interior de una columna en la cual se crea y mantiene una atmósfera gaseosa oxidante, mientras que en el caso de las madejas, el procedimiento podrá ejecutarse en autoclave u otro medio químico apropiado.
- 15.
- 20.

- Innecesario es decir que en la disposición y el ejercicio de las instalaciones y equipos destinados a la ejecución del procedimiento, según el invento, deberán observarse las condiciones más apropiadas que permitan evitar pérdidas de cloro, u otro agente oxidante en estado gaseoso, hacia el exterior. Por ejemplo, en el caso de tratamiento en medio gaseoso efectuado sobre cinta de hilo que se desplaza por el
- 25.
- 30.



interior de una o varias columnas verticales, podrán preverse medios de estanqueidad a la salida de la o de las columnas, pudiendo estos medios servir a su vez, si ha lugar, para la realización de un baño que  
5. tenga por objeto eliminar o transformar los compuestos o productos susceptibles de acarrear sucesivamente fenómenos de coloración indeseables.

De cuanto antecede se desprende la importancia de las ventajas técnicas e industriales del presente invento. Hasta ahora, las publicaciones sobre la industria no han mencionado jamás la posibilidad de combinar en una sola fase de tratamiento la desulfuración y el blanqueo, ni la de efectuar la desulfuración o el blanqueo -o cualquier otro tratamiento que una en  
10. una fase única estas dos acciones sobre hilos de rayon, en medio oxidante gaseoso.  
15.

La gran rapidez con la cual el agente oxidante en estado gaseoso ejerce en profundidad las dos acciones mencionadas de desulfuración y de blanqueo, y el grado de blancura excepcionalmente alto así obtenido, constituyen factores de progreso de importancia fundamental en la técnica y la industria del ramo, en vista de los rendimiento cualitativos y cuantitativos que permiten realizar.  
20.

Debe quedar bien entendido que el invento puede aplicarse por medios e instalaciones diversas, facilitándose las soluciones anteriores a título puramente ilustrativo. En el plano anexo, que muestra esquemáticamente los medios que permiten la realización de estas soluciones:  
25.  
30.



La figura 1 representa la sucesión y combinación de fases típicas del procedimiento, según el invento.

5. Las figuras 2 y 3 representan esquemáticamente soluciones típicas para el tratamiento de hilos continuos unidos en cinta y, respectivamente, devanados.

10. La figura 4 representa, en sección sobre un plano vertical diametral, con supresiones para hacer visibles ciertas partes interiores, un ejemplo de ejecución de un tratamiento efectuado sobre hilo enrollado en madeja.

15. Según se muestra esquemáticamente en la figura 1, el procedimiento, según el invento, consiste, de una manera general, en tratar los hilos o hilados, en la condición en que son entregados por una instalación de hilatura, es decir, a su salida del baño de coagulación (indicado globalmente por A), en un espacio o medio encerrado B en el cual reina una atmósfera gaseosa oxidante C, de cloro, por ejemplo, y a la salida del cual la materia, que presenta un grado de blancura ya excepcionalmente elevado, puede ser enviada - como se ha esquematizado en D- a los tratamientos posteriores de lavado y de terminado corrientes, empleando eventualmente, para el lavado, soluciones ácidas que permiten la eliminación antes mencionada de eventuales productos de la reacción entre el cloro y los compuestos sulfurados.

20. En la forma de realización de la figura 2, se envía una cinta 10 que reúne un gran número de filamentos, a la parte superior 11 de una columna 12



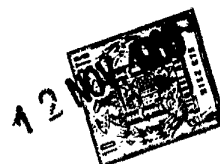
que contiene una atmósfera gaseosa oxidante 13 alimentada por una fuente apropiada 14. La estanqueidad en la base de dicha columna 12 puede realizarse por medio de un recipiente 15 que contiene un líquido 16 el cual, particularmente en el caso en que dicha atmósfera gaseosa 13 está constituida por cloro, puede ser agua o incluso una solución ácida, por ejemplo, una solución acuosa con un 1% de ácido clorhídrico.

5. La materia 10', así sulfurada y blanqueada, es llevada a continuación a las operaciones de reducción en mecha 17, o de enrollamiento en bobina o similar 18, tras haberla sometido, si ha lugar, a lavados y tratamientos eventuales para la eliminación del cloro.

10. Según el ejemplo representado en la figura 3, se efectúa un tratamiento correspondiente sobre madejas 20, encerradas y enteramente impregnadas del agente oxidante 13a, en un recipiente cerrado 21, por ejemplo, un autoclave. La introducción y la difusión del gas en dicho recipiente podrán facilitarse por la extracción previa del aire de éste, y obtenerse a la presión más apropiada, con preferencia inferior a la presión atmosférica, utilizando medios para efectuar la circulación del agente oxidante gaseoso, según el ritmo de secuencia exigido.

15. La forma de ejecución de la figura 4, se refiere al tratamiento simultáneo de una pluralidad de madejas 20a, 20b y 20c contenidas en un recipiente individual cerrado 21. Estas madejas son pasadas alrededor de un elemento de soporte y centrado perforado 22. El recipiente está provisto de un conducto de

20. 25. 30.



- alimentación 23 y de un conducto de salida 24 para la circulación del agente oxidante gaseoso, desembocando dichos conductos en las inmediaciones de la base del recipiente y hallándose respectivamente en comunicación con el extremo inferior del elemento o bujía perforada 22. Está, bien entendido, que está realizada en una materia resistente a la acción del agente gaseoso empleado y consiste, por ejemplo, en una columna de paredes perforadas y de extremo superior cerrado, realizada de cloruro de polivinilo u otra materia plástica, o de cualquier forma una materia apropiada cualquiera metálica o no, capaz de resistir las condiciones del medio de tratamiento. En cualquier caso, se ha comprobado que un tratamiento de desulfuración y blanqueamiento en medio gaseoso, según el procedimiento del invento, se desarrolla y completa en un tiempo comprendido entre 1 y 5 minutos, cuando se utiliza cloro puro como agente oxidante gaseoso. Por otra parte puede resultar preferible, con vistas también a preservar mejor la integridad de la fibra, emplear una mezcla de cloro y de un gas diluyente, escasamente activo en el caso que nos ocupa, tal como, por ejemplo, aire, un gas inerte o similar, siendo el tiempo de tratamiento en este caso más largo y pudiendo alcanzar 1 h., si la dilución del cloro en un gas inerte debe ser muy elevada.

En todos los casos, el tiempo exigido por el tratamiento, según el invento, es sin embargo extremadamente más corto que el necesario en el curso de los tratamientos por agentes líquidos comunes, es decir,



desulfuración seguida de blanqueamiento y de ulterio-  
res lavados, con la sucesión conocida. La permanencia  
de la materia tratada en la atmósfera gaseosa oxidante  
13, 13a de las instalaciones utilizadas, gracias al  
5. invento, se reduce al mínimo.

Se ha observado, además, que el nuevo trata-  
miento combinado de blanqueo-desulfuración en medio  
oxidante gaseoso, según el invento, puede efectuarse  
a presión y temperatura ambiente, no estando excluido,  
10. bien entendido, el empleo de presiones y/o temperatu-  
ras diversas, si ello ha de aportar beneficio en lo que  
respecta la serie y rentabilidad de las operaciones, el  
ejercicio de las instalaciones y la calidad de la fibra  
obtenida.

15. Igualmente importante, con vistas a alcanzar  
resultados satisfactorios, es el control del contenido  
de líquido (que puede ser el líquido del baño de hila-  
tura, o agua, si el hilo se lava con agua tras la hila-  
tura) de la masa de filamentos tratada. Este contenido  
20. no debe ser demasiado elevado si se desea obtener una  
acción uniforme del agente oxidante gaseoso. A título  
indicativo, se puede precisar que, utilizando cloro  
gaseoso como agente oxidante, dicho contenido de líquido  
no debe exceder de un valor de 70%, o sea 70 partes en  
25. peso de líquido y 30 partes en peso de materia seca.  
Esto representa, evidentemente, un límite superior, pu-  
diendo muy bien aplicarse el tratamiento a fibras que  
tengan un contenido de líquido considerablemente más  
bajo. Con preferencia, no se deberá alcanzar, en las  
30. condiciones consideradas, un valor por debajo del 20%



aproximadamente de dicho contenido de líquido.

5. La fibra exprimida o centrifugada se adapta normalmente muy bien a la aplicación del tratamiento del invento. Otros agentes oxidantes gaseosos que el cloro pueden actuar también en ausencia de agua.

10. El consumo es bajo, del orden de 20-25 g de cloro que haya reaccionado por kilogramo del hilo con siderado, no comprendiendo estos valores las pérdidas de agente oxidante gaseoso, pérdidas cuya medida puede evidentemente variar según el equipo particular.

EJEMPLO 1 -

15. Una cinta de fibras de rayon viscoso (análisis volumétrico global 500.000 deniers), procedente de la hilatura, se exprime entre dos rodillos hasta reducir a 60% su contenido de agua, se introduce después en continuo en una columna vertical del tipo representado en la figura 2, realizada de cloruro de polivinilo resistente a la acción del cloro y que contiene una atmósfera de cloro gaseoso. La cinta de fibra es retirada
20. en continuo del fondo de la columna haciéndola pasar a través de un baño de agua colocado en la base de dicha columna y que sirve para realizar la estanqueidad, pudiendo disponerse este baño según se indica en 15 en la figura 2. La velocidad de alimentación de la cinta
25. es aproximadamente de 78% m/min. El tiempo de permanencia de la cinta está proporcionado al factor equivalente del filamento; con un factor de 1,5 den. basta un tiempo de 1 1/2 min., en tanto que si el factor equivalente se eleva a 20 den. el tiempo necesario es de
30. 5 min. El procedimiento se efectúa a temperatura próxima



- a la temperatura ambiente, y a presión atmosférica. La cinta que sale del baño acuoso es de un blanco muy elevado. Es enviada a una instalación de corte, tras de lo cual el producto es llevado en continuo al lavado con agua y al tratamiento de terminado. Se pasan las mechas al secador. A su salida de éste, han conservado un grado de blancura muy elevado. Dan reacción negativa a la prueba de plombita sódica.
- 5.

EJEMPLO 2 -

10. Se introduce una madeja de hilo continuo de rayon viscoso -análisis volumétrico 120/28, de peso acondicionado de aproximadamente 1800 g y conteniendo 60% de líquido, en un recipiente del tipo ilustrado en la figura 2. El vacío de aproximadamente 60 mm Hg creado en este recipiente se reduce por la introducción de cloro gaseoso hasta una presión residuo de 360 mm Hg. Se deja el producto en estas condiciones durante 30 seg. La temperatura interna es ligeramente inferior a la temperatura ambiente y provoca evaporación de agua, absorbiendo ésta también el calor de reacción. Se repiten 4 veces las operaciones mencionadas. La madeja retirada del recipiente es sometida a un lavado con una solución de ácido clorhídrico al 1% durante 8 minutos y lavada después con agua depurada durante 24 minutos.
- 15.
- 20.
25. La madeja se presenta con una blancura excepcional. Se deshidrata a continuación por centrifugación y secado convencional. En la prueba de plombita sódica, el producto da reacción negativa.

EJEMPLO 3 -

30. Se utilizó un aparato del tipo representado



- en la figura 4 y se efectuó el tratamiento por cloro diluído en aire, a 10% en peso. Se hizo pasar la corriente gaseosa a través de las madejas ensartadas en la bujía perforada 22. El paso de la corriente gaseosa fue continua durante una hora y en condiciones de presión atmosférica de salida, y ligeramente superior a la presión atmosférica de entrada. En el curso de pruebas posteriores, se obtuvo el paso de la corriente gaseosa a través de las madejas provocando una débil depresión en sentido descendente del hilo tratado. Sucesivamente, se eliminó todo el cloro por paso de aire durante 10 minutos. Las madejas fueron sometidas a continuación a lavado con solución de ácido clorhídrico al 1% durante 8 minutos, después con agua depurada durante 24 minutos. Su color era de un blanco vivo estable, y la prueba de plombita dió reacción negativa. Las madejas fueron sucesivamente deshidratadas por centrifugación y secado según procedimientos conocidos.
- 5.
- 10.
- 15.

- Las dimensiones de las madejas a tratar, según el invento, pueden variar entre una libra (450 g aproximadamente) y aproximadamente 4 libras (1800 g aproximadamente). Con preferencia, pero no exclusivamente, se utilizan madejas de 750 g y se opera sobre 4 de estas madejas, montadas en torno a una bujía de una altura aproximada de 65 cm. por ciclo de trabajo.
- 20.
- 25.

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modifica-
- 30.



ciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Italia, con fecha 20 de Noviembre de 1965, bajo el

5. N<sup>o</sup> 11435, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE BLANQUEO DE

10. HILOS, FIBRAS Y FILAMENTOS DE RAYON VISCOSO"; caracterizándose por lo siguiente:

1<sup>a</sup>.- Procedimiento de blanqueo de hilos, fibras y filamentos de rayon viscoso, caracterizado porque la materia a blanquear se trata con un agente oxidante en estado gaseoso, que comprende, cloro

15. bióxido de cloro, oxígeno o aire ozonizados, para obtener un efecto asociado de desulfuración.

2<sup>a</sup>.- Procedimiento, según la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque la materia a blanquear se

20. trata con mezclas de gases oxidantes y de gases o vapores esencialmente inertes con respecto a la acción oxidante, o escasamente activos en las condiciones de tratamiento.

3<sup>a</sup>.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1<sup>a</sup> y 2<sup>a</sup>, caracterizado porque se emplea cloro gaseoso como agente oxidante, en estado puro o diluído con aire o con un gas inerte.

25.

4<sup>a</sup>.- Procedimiento, según la reivindicación 3<sup>a</sup>, caracterizado porque el consumo de cloro es del

30. orden de 20-25 gr. de cloro que haya reaccionado por



kgr. de materia fibrosa o filamentosa.

5. 5ª.- Procedimiento, según la reivindicación 3ª, caracterizado porque comprende el tratamiento combinado de blanqueo-desulfuración en medio cloro gaseoso, y por un tratamiento posterior que incluye al menos un lavado con agua y un paso por una solución ácida de eliminación y/o neutralización de los productos resultantes de la reacción entre el cloro y los compuestos sulfurados presentes en el hilo.
10. 6ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque comprende el desplazamiento de los hilos, en particular varios hilos reunidos en cinta, en presencia del agente oxidante gaseoso.
15. 7ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque el tratamiento se realiza haciendo pasar el agente gaseoso a través del grueso de las bobinas de hilo o similares, durante un tiempo de 1 a 5 minutos, siendo la presión de salida de estas últimas sensiblemente igual a la presión ambiente y preferentemente inferior a la presión atmosférica.
20. 8ª.- Procedimiento, según la reivindicación 7ª, caracterizado porque se repite el tratamiento por fases, estableciéndose la atmósfera gaseosa oxidante, durante estas fases, mediante la evacuación previa de aire del medio.
25. 9ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el tratamiento se realiza mediante el paso de una corriente de cloro
- 30.



gaseoso diluído con agua o un gas inerte y en presencia de humedad.

5. 10ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el tratamiento se efectúa mediante la aplicación de cloro o mezclas que contengan cloro sobre materia fibrosa o filamentososa que posea un contenido líquido no superior al 70% y no inferior al 20% en peso.

10. 11ª.- "Procedimiento de blanqueo de hilos, fibras y filamentos de rayon viscoso"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

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

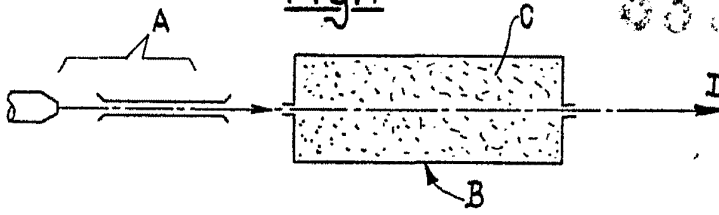
Madrid,

12 NOV 1966

SNIA VISCOSA SOCIETA' NAZIONALE INDUSTRIA  
APPLICAZIONI VISCOSA S.p.A.,

L. GOMEZ AC'BO Y MODET  
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz

Fig.1



3332 4



Fig.2

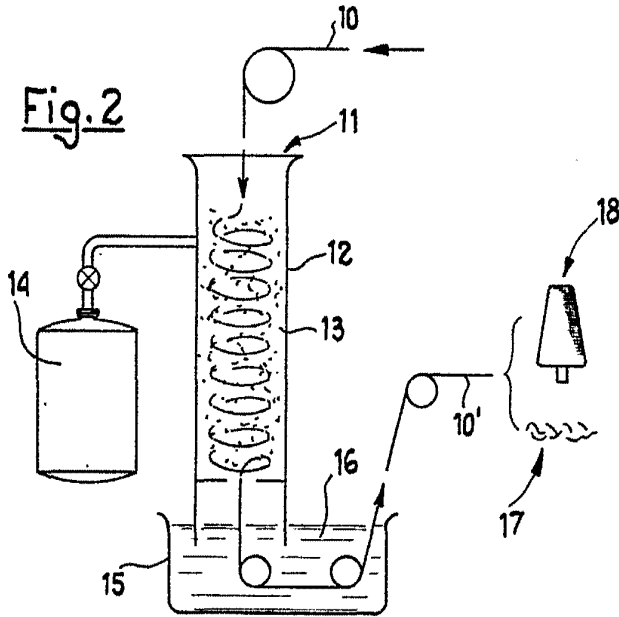
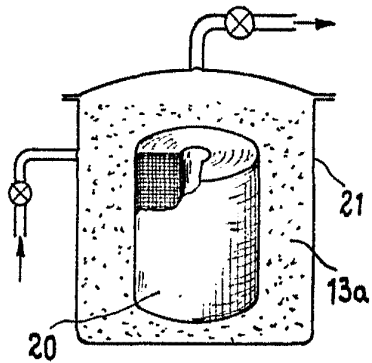
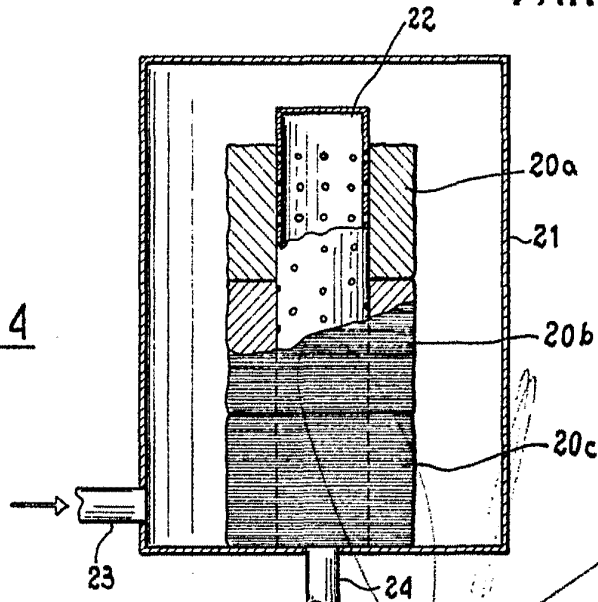


Fig.3



ESCALA  
VARIABLE

Fig.4



12 NOV. 1956

Madrid

J. GOMEZ AC BUI Y MODEI  
p. Firmado: F. Hernández R.