

378404

P.- 44.380

Pos GW 1476
Sp.

378404

Memoria descriptiva



SECCION TECNICA
CLASIFICACION: F C
CLASE <u>C-08</u> <u>8-01</u>
SUBCLASE <u>G</u> <u>E</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de GLANZSTOFF AG

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld,
República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE HILOS, FIBRAS Y
LAMINAS ININFLAMABLES" (Clase Internacional Dolf C08g)

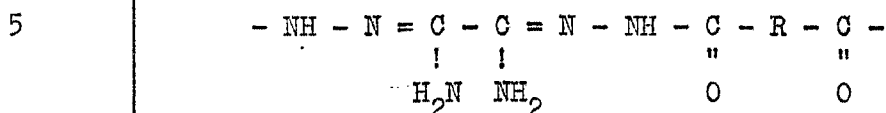
6.4.70

- 1 -

POOR
QUALITY



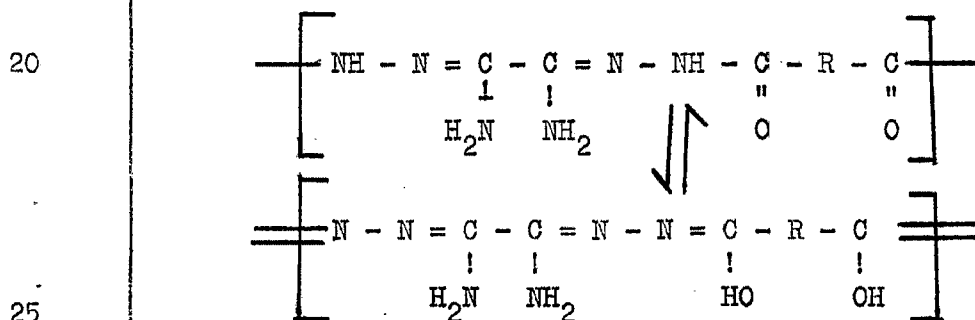
A partir de la memoria de patente luxemburguesa número 55.732 ya son conocidos hilos a base de poliacíloxalamidrazonas con unidades recurrentes de la fórmula general



en la que R significa un radical alifático, saturado o insaturado, de cadena recta o ramificada, con 2 hasta 12 átomos de carbono, un radical cicloalifático, aralifático o aromático. Estos hilos no son difícilmente inflamables.

10 El presente invento concierne a un procedimiento para la preparación de hilos, fibras y láminas difícilmente inflamables que, además de celulosa, contienen un polímero sintético, y el cual está caracterizado porque

15 hilos, fibras y láminas que se habían obtenido por configuración de una mezcla de viscosa y de la solución alcalina acuosa de una poliacíloxalamidrazona de la fórmula



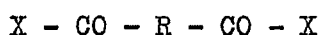
en la que R significa un radical alifático, saturado o insaturado, de cadena recta o ramificada, con 2 hasta 12 átomos de carbono, un radical cicloalifático, aralifático, aromático o heterocíclico, en un baño de precipitación ácido, se hacen reaccionar con una solución de uno o va-

378404



rios compuestos de los metales zinc, estaño, cadmio, bario, estroncio, calcio antimonio y tántalo, se lavan y se secan de modo usual.

5 Las poliacíloxalamidrazonas del tipo precedentemente caracterizado están descritas, por ejemplo, en las patentes luxemburguesas números 54.747 y 57.117. Se obtienen por reacción de uno o varios ácidos dicarboxílicos de la fórmula general



10 en la que R significa un radical alifático, saturado o insaturado, de cadena recta o ramificada, con 2 hasta 12 átomos de carbono, un radical cicloalifático o aromático y X significa cloro o bromo, con bisamidrazona de ácido oxálico.

15 Poliaciloxalamidrazonas apropiadas son las que contienen un radical de ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido fumárico, ácido 2,6-piridíndicarboxílico, ácido adípico o ácido sebácico. Son especialmente apropiadas la politereftaloiloxalamidrazona y la polifumaroiloxalamidrazona.

20 Son conocidas poliacíloxalamidrazonas con una viscosidad reducida de 0,2 hasta 5,4. Sin embargo, la poliacíloxalamidrazona puede ser todavía de mayor peso molecular.

25 La preparación de las soluciones acuosas diluidas en hidróxido alcalino de poliacíloxalamidrazonas puede tener lugar de acuerdo con la patente luxemburguesa número 55.817. Allí se proponen, en calidad de disolventes para poliacíloxalamidrazonas, soluciones acuosas diluidas de todos los hidróxidos alcalinos. Eventualmente, se pueden utilizar también soluciones acuosas que contienen más

30

378404

378404



5 de un hidróxido alcalino. El poder disolvente de las so-
luciones de hidróxido alcalino depende tanto del hidróxi-
do alcalino utilizado en calidad de disolvente y de la con-
centración de la solución de disolvente, como también de
la constitución química y en pequeño grado del peso mole-
10 cular medio del polímero que ha de ser disuelto. En par-
ticular, se puede determinar con facilidad mediante unos
pocos ensayos la concentración de una solución acuosa de
hidróxido alcalino con la que se puede obtener la concen-
tración de polímero en la solución deseada para el trata-
miento ulterior. Concentraciones de hidróxido alcalino
apropiadas se encuentran dentro del margen de 6 hasta 10%
en peso, y las concentraciones de polímero apropiadas se
encuentran dentro del margen de 4 hasta 20% en peso.

15 Para la realización del procedimiento según el
invento son apropiadas las viscosas que se pueden obtener
según los procedimientos conocidos, que sirven para la
preparación de los más diferentes tipos de rayón, tales
como por ejemplo los tipos de algodón o de lana, de las
20 fibras polinósicas, de los tipos de hilos que son hilados
en baños de hilatura que contienen sulfato de sodio o sul-
fato de zinc y en ácidos poco concentrados o muy concen-
trados. Además, son apropiadas las viscosas utilizadas
en la preparación de fibras cortas o lana de celulosa o
25 "Superkord". También, se pueden emplear viscosas que con-
tienen agentes modificadores o que contienen pigmentos.

La preparación de la masa de hilatura tiene lu-
gar por íntimo mezclado de la viscosa con la solución de
la poliacíloxalamidrazona en hidróxido alcalino. Los dos
30 componentes son miscibles entre sí en cualquier proporción,



5 y por consiguiente se pueden producir hilos, fibras y láminas mixtas con un contenido cualquiera de celulosa. Las mezclas son estables. La estabilidad de la masa de hilatura puede ser aumentada todavía más empleando viscosas recientemente preparadas con elevada proporción de xantato.

10 La masa de hilatura es hilada de acuerdo con los procedimientos usuales en la producción de rayón en baños también usuales para la preparación de rayón, los cuales, junto con un ácido, pueden contener además sales tales como sulfato de sodio, sulfato de zinc y sulfato de magnesio. La presencia del ácido tienen importancia en lo esencial para la descomposición del xantato, pero además de ello también en los casos en que están presentes
15 en el baño iones zinc, con el fin de impedir una formación prematura de compuestos metálicos de la poliaciloxalaminodrazona. Por ejemplo, se pueden utilizar los siguientes baños de hilatura.

20 5,5% de ácido sulfúrico, 15% de sulfato de sodio, 6% de sulfato de zinc, 50°C.;

7% de ácido sulfúrico, 17% de sulfato de sodio, 2% de sulfato de zinc, 60°C.;

25 4,5% de ácido sulfúrico, 12% de sulfato de sodio, 6% de sulfato de zinc, 55°C.;

En el caso de masas de hilatura que contienen poca cantidad de viscosa, se pueden utilizar también baños con un bajo contenido de ácido, tales como por ejemplo un baño con la composición: 20% de cloruro de amonio, 2,1% de ácido sulfúrico, 30°C.

30 Después de que los hilos, fibras y láminas mix-

378404



tas a base de poliacíloxalamidrazona y celulosa han abandonado el baño de hilatura, son desacidificadas y después son tratadas por ejemplo en un baño de inmersión con la solución de uno o varios compuestos de los metales zinc, estaño, cadmio, bario, estroncio, calcio, antimonio y tántalo.

Compuestos metálicos apropiados son sales orgánicas e inorgánicas y compuestos complejos de los metales zinc, estaño, cadmio, bario, estroncio, calcio, antimonio y tántalo.

Apropiadas para la reacción con poliacíloxalamidrazonas son soluciones de estos compuestos metálicos en agua, en bases o ácidos acuosos diluïdos, así como en disolventes orgánicos, por ejemplo en metanol, etanol, dimetilsulfóxido, triamida de ácido hezametilfosfórico, sulfolano, tetrametilurea, dimetilformamida, piridina y otras aminas, así como, en casos especiales, también en hidrocarburos clorados, ésteres, cetonas y en sulfuro de carbono. Los compuestos metálicos pueden ser utilizados también disueltos en mezclas de los disolventes indicados. Ventajosamente se utilizan las siguientes soluciones:

Soluciones de compuestos de estaño: Soluciones acuosas de cloruro de estaño divalente; soluciones etanólicas de cloruro de estaño divalente.

Soluciones de compuestos de zinc: Soluciones de cloruro de zinc en hidróxido de amonio 2 N.

Soluciones de compuestos de cadmio: Soluciones de sulfato de cadmio en hidróxido de amonio 2 N.

Soluciones de compuestos de bario: Soluciones acuosas de hidróxido de bario, soluciones acuosas amonia-

378404



cales de cloruro de bario.

Soluciones de compuestos de estroncio: Soluciones acuosas de hidróxido de estroncio; soluciones acuosas amoniacales de cloruro de estroncio.

5 Soluciones de compuestos de calcio: Soluciones acuosas de hidróxido de calcio; soluciones acuosas amoniacales de cloruro de calcio.

10 Soluciones de compuestos de antimonio: Soluciones de tricloruro de antimonio en dimetilformamida; soluciones en ácido tartárico de cloruro de antimonio trivalente.

Soluciones de compuestos de tántalo: Soluciones de cloruro de tántalo pentavalente en dimetilformamida.

15 De modo ventajoso, se utilizan soluciones concentradas. Sin embargo, se pueden utilizar también soluciones diluídas. Convenientemente se utilizan soluciones a la temperatura ambiente, pero se pueden utilizar también soluciones a temperatura más elevada.

20 El tratamiento de los hilos, fibras y láminas de celulosa-poliácíloxalamidrazona con las soluciones de los compuestos metálicos puede tener lugar, por ejemplo, por inmersión de los hilos, fibras y láminas en una cuba que contiene la solución de los compuestos metálicos. Las fibras pueden ser sumergidas, por ejemplo en estado suel-

25 to, o por ejemplo en forma de hilo hilado en forma de cordón, en una cuba de tratamiento. También se pueden someter a la acción del compuesto metálico los hilos de celulosa-poliácíloxalamidrazona enrollados en una bobina, en un baño de lavado a presión de bobinas apropiado.

30 En el caso del tratamiento de los hilos, láminas

378404

9 AB



y fibras de celulosa-poliácíloxalamidrazona con las soluciones de los compuestos metálicos, la porción de poliácíloxalamidrazona del hilo, de las fibras o de la lámina reacciona con el compuesto metálico. En este caso, la poliácíloxalamidrazona se combina químicamente con el correspondiente metal, presumiblemente en forma compleja o en forma de enolato.

Después del tratamiento con las soluciones de los compuestos metálicos, los hilos, fibras y láminas son bien lavados a fondo, por ejemplo, con agua, eventualmente después de añadir ácido acético al 1% o una solución débilmente amoniacal, son secados y acondicionados.

La velocidad de reacción y la cantidad de metal absorbida dependen de varios factores. La velocidad de la absorción del metal depende, entre otras cosas, del tipo de la poliácíloxalamidrazona, del correspondiente metal, del compuesto metálico, de la concentración en la solución, del disolvente o de la mezcla de disolventes, de la temperatura y del valor del pH de la solución. El hilo las fibras y la lámina absorben metal desde la solución en el transcurso del tratamiento hasta que se ha alcanzado el límite de saturación de la correspondiente poliácíloxalamidrazona. Modos de procedimiento especialmente apropiados para la producción de un hilo o de una correspondiente fibra o lámina de celulosa-poliácíloxalamidrazona, especialmente el tiempo de reacción necesario, pueden ser determinados con facilidad mediante una simple sucesión de ensayos.

Los hilos, fibras y láminas producidas de acuerdo con el procedimiento del invento son tanto más difícil-

378404



1970

mente inflamables cuanto más metal contienen. Un hilo o una correspondiente fibra o lámina de celulosa-poliácíloxalamidrazona puede absorber tanta más cantidad de metal cuanto mayor es la proporción de poliácíloxalamidrazona.

5 Los hilos, fibras y láminas, que tienen un contenido mínimo de metal característico para cada metal, es decir que deben poseer por consiguiente también un contenido mínimo de poliácíloxalamidrazona, son incluso ininflamables según la norma DIN 53.906.

10 Los hilos, fibras y láminas difícilmente inflamables o ininflamables que se pueden producir de acuerdo con el procedimiento del invento poseen buenas propiedades textiles. De modo especialmente preferible se emplean en el procedimiento de acuerdo con el invento hilos, fibras y láminas, que consisten en 25 hasta 50% en peso de poliácíloxalamidrazona y en 75 hasta 50% en peso de celulosa. Cuando estos hilos, fibras o láminas son tratados, según el procedimiento de acuerdo con el invento, de modo que se absorba la cantidad de metal correspondiente al límite de saturación de la poliácíloxalamidrazona, los productos obtenidos son ininflamables según la norma DIN 53.906 y poseen muy buenas propiedades textiles. Por ejemplo, en el caso de hilos se pueden alcanzar resistencias en seco de 25 Rkm^x, alargamientos en seco de 16%, resistencias en húmedo de 9 Rkm y alargamientos en húmedo de 19%. Tales hilos y fibras pueden ser transformados sin dificultades en hilos hilados, hilos hilados mistos de fibras cortadas, tejidos de telar, tejidos de punto, velos, etc. (x Rkm = km. hasta la rotura).

30 Los hilos y fibras que se pueden producir según

378404

9 ABR 1970

el procedimiento de acuerdo con el invento poseen un color propio intenso que depende del metal combinado en cada caso, que hace innecesaria una coloración posterior. Sin embargo, también es posible matizar posteriormente los hilos y fibras con los colorantes usuales, tales como por ejemplo colorantes en dispersión, colorantes complejos con metales, colorantes sustantivos, ácidos, básicos. Hilos, fibras y láminas que poseen los metales zinc, estaño, cadmio, bario, calcio y estroncio, son de color naranja hasta pardo, los que contienen compuestos de antimonio son rojos, y los que contienen tántalo son de color naranja amarillo.

5

10

15

20

25

30

Ejemplo 1. Se utilizó una viscosa producida, ventilada y filtrada del modo usual. Esta tenía un contenido de celulosa de 8,5%, un contenido de hidróxido de sodio de 5,5%, un contenido de 0,45% de amina de grasa de coco etoxilada, y había sido preparada con 34% de CS₂ referido a la celulosa. La proporción de xantato de esta viscosa era de 0,45 y la viscosidad era de 45 segundos de caída de bola. Para la preparación de la solución de politereftaloiloxalamidrazona se mezclaron íntimamente entre sí a la temperatura ambiente 24,5 g de politereftaloiloxalamidrazona, 18,5 g de hidróxido de potasio y 266 g de agua. Después de aproximadamente 2 horas se había formado una solución transparente.

Para la preparación de la masa de hilatura, se mezclaron entre sí mediante un agitador de laboratorio, a la temperatura ambiente, 610 g de viscosa y 305 g de la solución de politereftaloiloxalamidrazona. Después de aproximadamente 1 hora, la mezcla era homogénea. La mezcla



homogénea fué ventilada a continuación en vacío. Después de la ventilación, la viscosidad de la mezcla era de 69 segundos de caída de bola y la proporción de xantato era de 0,37.

5 La hilera de hilatura utilizada poseía 60 orificios, cada uno con 60 μ m de diámetro. El baño de hilatura contenía 5% de ácido sulfúrico, 12,5% de sulfato de sodio y 6% de sulfato de zinc. La temperatura del baño de hilatura era de 55°C. El hilo después de abandonar el baño de hilatura fue conducido sobre un primer rodillo con una velocidad de retirada de 30 m/minuto y pasó a continuación a través de un segundo baño de hilatura caliente a 90°C, que contenía 2% de ácido sulfúrico. El hilo fue enrollado sobre una bobina perforada usual y allí fué des-
10 acificado y lavado por rociado con agua con permutita. A continuación, el hilo fue avivado y fue secado a 80°C.

15 El hilo así resultante poseía un título total de 130 dtex. y consistía en 70% de celulosa y en 30% de politereftaloiloxalamidrazona. Tenía en estado seco una resistencia de 16,0 Rkm con un alargamiento de 20% y en estado húmedo una resistencia de 6,3 Rkm con un alargamiento de 39,0%.

20 El hilo seco fue desavivado de una solución de 3 g/l de jabón de Marsella en agua y fue sumergido durante 1 hora en un baño de tratamiento caliente a 50-60°C. El baño de tratamiento fue preparado por disolución de 150 g de cloruro de zinc en 100 g de agua y por adición de hidróxido de amonio acuoso en una cantidad tal que el precipitado de hidróxido de zinc resultante en primer lugar
25 fue disuelto precisamente de modo total. A continuación,
30

6.4.70



el tejido de punto fue lavado sucesivamente con una solución acuosa de hidróxido de amonio al 10% y luego con una solución acuosa de hidróxido de amonio al 1%, y finalmente fue lavado con agua con permutita. Después del secado, el hilo contenía 10% de zinc en forma combinada.

El hilo fue transformado en un tejido de punto, que fue ensayado en cuanto a la resistencia a la llama de acuerdo con la norma DIN 53.906. Se mostró como ininflamable.

Ejemplo 2. A partir de 282 g de la viscosa utilizada en el Ejemplo 1 y de 730 g de la solución de politereftaloiloxalamidrazona descrita en el Ejemplo 1 se preparó e hiló una masa de hilatura del modo descrito en el Ejemplo 1. El hilo obtenido tenía un título total de 115 dtex. y mostraba en estado seco una resistencia de 15,2 Rkm, un alargamiento de 11,2%, y en estado húmedo una resistencia de 6,8 Rkm y un alargamiento de 14,5%. El hilo consistía en 30% de celulosa y en 70% de politereftaloiloxalamidrazona. El hilo, tal como se describe en el Ejemplo 1, fue sumergido en el baño de tratamiento que contenía zinc y fue tratado ulteriormente. Después del secado contenía 25% de zinc en forma combinada. Un tejido de punto producido a partir de este se mostró como ininflamable de acuerdo con la norma DIN 53.906.

Ejemplo 3. Un hilo producido de acuerdo con el Ejemplo 1 fue sumergido durante una hora en un baño caliente a 60°C, que había sido preparado a partir de 125 g de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 10 g de agua. El hilo seco lavado contenía 7% de estaño en forma combinada. Un tejido de punto de punto producido a partir de éste se mostró como inin-

578404



flamable de acuerdo con la norma DIN 53.906.

5 Ejemplo 4. 610 g de la viscosa descrita en el
 Ejemplo 1 fueron mezclados con una solución preparada a
 partir de 24,5 g de poliadipinoiloxalamidrazona, 24,7 g
 de hidróxido de potasio y 226 g de agua, y fueron ventila-
 dos. Esta masa de hilatura fue hilada a 52°C, del modo
 descrito en el Ejemplo 1, en un baño que contenía 7% de
 ácido sulfúrico, 15% de sulfato de sodio y 6% de sulfato
 10 de zinc. El hilo así obtenido poseía un título total de
 103 dtex., y consistía en 70% de celulosa y en 30% de po-
 liadipinoiloxalamidrazona. Tenía en estado seco una re-
 sistencia de 8,6 Rkm con un alargamiento de 7,1% y en es-
 tado húmedo una resistencia de 3,9 Rkm con un alargamien-
 to de 6,1%. El baño de tratamiento consistía en una solu-
 15 ción de 10 g de cloruro de zinc en 100 g de agua, que fue
 ajustada a un valor de pH de 12 por adición de amoníaco
 concentrado. El hilo fue sumergido en este baño a 20°C
 durante una hora y absorbió en este caso 2,5% en peso de
 zinc.

20 El hilo fue transformado en un tejido de punto que se mostró como difícilmente inflamable.

25 Ejemplo 5. El hilo de celulosa y adipinoilozal-
 amidrazona descrito en el Ejemplo 4 fue sumergido durante
 una hora, a 20°C, en una solución acuosa al 10% en peso
 de cloruro de estaño divalente. El hilo había absorbido
 6,2% en peso de estaño. Un tejido de punto producido a
 partir de éste se mostró como difícilmente inflamable.

30 Ejemplo 6. 610 g de la viscosa descrita en el
 Ejemplo 1 fueron mezclados con una solución preparada a
 partir de 24,5 g de 2,6-piridinoiloxalamidrazona, 24,7 g

6.4.70

378404

POOR QUALITY



de hidróxido de potasio y 226 g de agua y fueron ventilados. Esta masa de hilatura fue hilada del modo descrito en el Ejemplo 1, a 52°C, en un baño que contenía 9% de ácido sulfúrico, 15% de sulfato de sodio y 6% de sulfato de zinc.

5 El hilo así resultante poseía un título total de 107 dtex. consistía en 70% de celulosa y en 30% de poli-2,6-piridin-
oioxalamidrazona. Tenía en estado seco una resistencia de 8,6 Rkm, con un alargamiento de 5,4%, y en estado húmedo una resistencia de 3,1 Rkm con un alargamiento de 13,8%.

10 Fué sumergido durante una hora a 20°C en el baño de tratamiento descrito en el Ejemplo 4 y absorbió en este caso 11,5% en peso de zinc.

El hilo fue transformado en un tejido de punto, que se mostró como ininflamable según la norma DIN 53.906.

15 Ejemplo 7.- El hilo de celulosa y 2,6-piridin-
oioxalamidrazona descrito en el Ejemplo 6 fue sumergido durante una hora a 20°C en el baño descrito en el Ejemplo 5. El hilo había absorbido 16,5% en peso de estaño. Un tejido de punto producido a partir de éste se mostró como in-
20 inflamable de acuerdo con la norma DIN 53.906.

Ejemplo 8.- Un hilo producido según el Ejemplo 1 fue sumergido durante 24 horas a 20°C en una solución saturada de hidróxido de calcio. El hilo había absorbido 2,3% en peso de calcio. Un tejido de punto producido a
25 partir de éste se mostró como difícilmente inflamable.

Ejemplo 9.- 29,9 g de poliisoftaloioxalamidrazo-
na fueron disueltos en una solución de 21,9 g de hidróxido de potasio en 313,9 g de agua. 625 g de una viscosa produ-
cida de manera usual, que contenía 7,3% de celulosa y 5,5%
30 de lejía de sosa, fueron diluidos con 56,5 g de una solu-



5 ción acuosa al 12% de hidróxido de potasio. Luego se introdujo con agitación la solución de poliaciloxalamidrazona en la solución diluída de viscosa. La mezcla homogénea obtenida fue ventilada y a continuación, con utilización de una hilera con 60 orificios, cada uno de 60 μ , fue hilada en un baño de hilatura a 40°C, que contenía 4% de ácido sulfúrico, 15% de sulfato de sodio y 0,2% de una amina de grasa de coco etoxilada. Después de abandonar el primer baño, los hilos atravesaron un segundo baño, que
10 contenía 2% de ácido sulfúrico y cuya temperatura también era de 40°C. La velocidad de retirada era de 25 m/minuto y el estiramiento de 5%.

15 Las fibras obtenidas poseían las siguientes propiedades textiles: título: 274 dtex.; resistencia en estado acondicionado: 18 Rkm; alargamiento en estado acondicionado 15,3%; resistencia en húmedo: 6,2 Rkm; alargamiento en húmedo 35,1%.

20 Las fibras obtenidas fueron transformadas en una tricotosa circular en una media de punto, que fue sumergida durante 90 minutos, a la temperatura ambiente, en una solución al 20% de cloruro de zinc, que fue ajustada con amoníaco concentrado a un valor de pH de 11,0. El tejido de punto fue a continuación lavado y secado. Contenía 9,2% en peso de zinc y se mostró como incombustible.

25 Ejemplo 10.— En el modo de trabajo descrito en el Ejemplo 9, en lugar de 29,9 g de poliisoftaloiloxalamidrazona, se emplearon 29,9 g de sebacinoiloxalamidrazona. Las proporciones cuantitativas de lejías y de viscosa, las condiciones de hilatura, la transformación ulterior en una
30 media de punto, así como el tratamiento con la solución de



sal metálica, no fueron modificados. El tejido de punto obtenido contenía 7,8% en peso de zinc y se mostró como difícilmente inflamable.

5 Ejemplo 11.- 29,2 g de polifumaroiloxalamidrazo-
na fueron disueltos en una solución de 21,9 g de hidróxido
de potasio y 319,9 g de agua. Esta solución fue diluída
con 350 ml de una solución acuosa al 8% de hidróxido de
potasio, y fue introducida con agitación en una viscosa
10 producida de manera usual, que contenía 7,3% de celulosa
y 5,5% de lejía de sosa y que previamente había sido di-
luída con 56,5 g de una solución acuosa al 12% de hidróxi-
do de potasio. La masa de hilatura obtenida fue ventilada
y fue hilada bajo las condiciones indicadas en el Ejemplo
9.

15 Las fibras obtenidas poseían las siguientes pro-
piedades textiles: Titulo: 212 dtex.; resistencia en esta
do acondicionado: 18,5 Rkm.; alargamiento en estado acondi-
cionado: 8,8%; resistencia en húmedo: 5,2 Rkm; alarga-
miento en húmedo: 24,4%.

20 Las fibras obtenidas fueron transformadas del
modo descrito en el Ejemplo 9 en una media de punto y fue-
ron tratadas con una solución de cloruro de zinc. El te-
jido de punto contenía después de este tratamiento 11,4%
de zinc y se mostró como incombustible.

25 Ejemplo 12.- 29,9 g de polinaftalenoiloxalamidra
zona fueron disueltos en una solución de 21,9 g de hidró-
xido de potasio y 319,9 g de agua: 835 g de una viscosa
producida de manera usual, que contenía 7,3% de celulosa
y 5,5% de lejía de sosa, fueron diluídos con 56,5 g de una
30 solución acuosa al 12% de hidróxido de potasio. Luego, la



5 solución de poliaciloxalamidrazona fue introducida con agi-
tación en la solución diluída de viscosa. La masa de hi-
latura homogénea obtenida fue hilada del modo descrito en
el Ejemplo 9 y fue tratada ulteriormente. La manguera teji-
da de punto obtenida había absorbido 7,3% de zinc y se mos-
tró como difícilmente inflamable.

10 Ejemplos 13 hasta 17.- Para los ensayos siguientes
se utilizaron hilos con un título de dtex. 120 f 60, una
resistencia (en seco) de 15,6 Rkm y un alargamiento (en se-
co) de 10,6%, que consistían en 40% en peso de politeref-
taloiloxalamidrazona y en 60% en peso de celulosa. Los
hilos fueron transformados en una manguera tejida de punto,
que fue sumergida durante 90 minutos en un baño de trata-
miento a 25°C. La composición del baño de tratamiento, el
15 color y el contenido metálico del producto obtenido así co-
mo su comportamiento de combustión están indicados en la
tabla I.

20 Ejemplos 18 y 19.- Para los siguientes ejemplos
se utilizaron las mangueras tejidas de punto descritas en
los Ejemplos 13 hasta 17, que también fueron sumergidas
durante 90 minutos en un baño de tratamiento de 25°C. La
composición del baño de tratamiento, el color y el conte-
nido metálico, así como el comportamiento de combustión
de los productos obtenidos están indicados en la tabla II.

25

6.10.70

- 17 -

378404



TABLA I

Ejem- plo Nº	Composición del baño de tratamiento	Contenido metálico	Color del producto	Comportamiento de combustión
13	Solución acuosa al 20% de CdCl_2 , ajustada a pH 10,5 con NH_4OH	12,4	Pardo	Incombustible
14	Solución acuosa saturada de $\text{Ba}(\text{OH})_2$	6,9	Amarillo	Resistente en la inflamación
15	Solución acuosa al 20% de SbCl_3 en dimetilformamida	4,9	Rojo	Incombustible
16	Solución acuosa saturada de $\text{Sr}(\text{OH})_2$	6,7	Amarillo claro	Resistente a la inflamación
17	Solución acuosa al 5% de TaSO_4	7,7	Amarillo	Resistente a la inflamación

378404



TABLA II

Ejem- plo Nº	Composición del baño de trata- miento	Contenido metálico	Color del producto	Comportamiento de combustión
18	Solución acuosa con un contenido de 10% en peso de $ZnCl_2$ y 10% en peso de $CdCl_2$, ajustada a pH 10,5 con NH_4OH	5,0 zinc 6,5 cadmio	Amarillo	Incombustible
19	Solución acuosa sa- turada con $Ca(OH)_2$, $Sr(OH)_2$, y $Ba(OH)_2$	2,6 calcio 1,1 estroncio 4,4 bario	Amarillo	Difícilmente inflamable

20

Ejemplo 20.- Poliisoftaloiloxalamidrazona fue di-
suelta en hidróxido de potasio acuoso al 6%, fue filtrada
y fue mezclada en la proporción 1:16 con una viscosa que
contenía 7,3% de celulosa, 5,5% de hidróxido de sodio y
0,04% de una amina de graso de coco etoxilada. Esta masa
de hilatura, fue hilada mediante una hilera de hendidura
o ranura en un baño de hilatura, que contenía 4% de ácido
sulfúrico, 15% de sulfato de sodio y 0,2% de una amina de
grasa de coco etoxilada. La temperatura del baño era de
40°C. Después de abandonar este baño se condujo la lámina
a un segundo baño, que contenía 2% de ácido sulfúrico y

25

30

378404

6.10.70

- 19 -



14

cuya temperatura era de 85-90°C. A continuación la lámina todavía húmeda fue conducida a un tercer baño, que consistía en una solución acuosa al 5% de cloruro de estaño divalente, fue lavada hasta reacción neutra y a continuación fue secada. La lámina obtenida tenía un espesor de 20 μ , pesaba 30 g/m^2 y contenía 20% de estaño. Tenía una carga de rotura de 3,30 kg en dirección longitudinal y de 1,75 kg en dirección transversal, medido en una tira de 15 mm de anchura, y se mostro como incombustible.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, con fecha 2 de Mayo de 1.969, bajo el número P 19 22 336.0, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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:

1.- Procedimiento para la producción de hilos, fibras y láminas ininflamables, los cuales, además de celulosa, contienen un polímero sintético, caracterizado

6.10.70

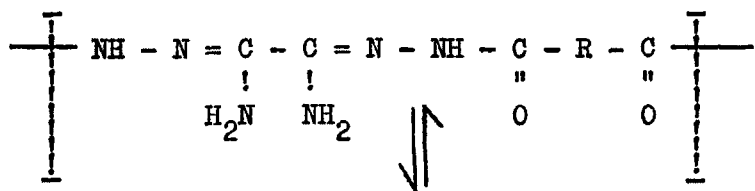
- 20 -

378404

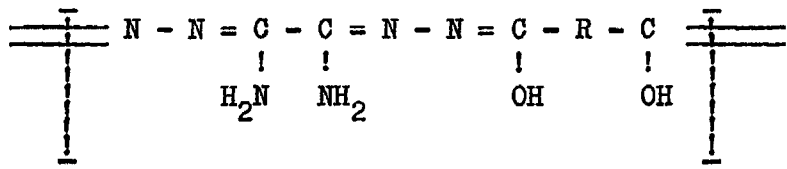


porque hilos, fibras o láminas, que se habían obtenido por configuración de una mezcla de viscosa y de la solución alcalina acuosa de una poliaciloxalamidrazona de la fórmula

15



10



15

en la que R significa un radical alifático saturado o insaturado, de cadena recta o ramificada, con 2 hasta 12 átomos de carbono, un radical cicloalifático, aralifático, aromático o heterocíclico en un baño de precipitación ácido, son hechos reaccionar con una solución de uno o varios compuestos de los metales zinc, estaño, cadmio, bario, estroicio, calcio, antimonio y tántalo son lavados y son secados de modo usual.

20

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los hilos y fibras empleados contienen de 25 hasta 50% en peso de poliaciloxalamidrazona.

25

3.- Procedimiento para la producción de hilos, fibras y láminas ininflamables.

30

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

6.10.70



14

La presente Memoria consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

14 OCT. 1970

Madrid,

P.A.

Alberto de la Torre
Por Poderes

6.10.70
A.A.B.

- 22 -

378404