

soluciones de celulosa transformadas en emulsión con aire ó gas neutro.

En las Memorias de las Patentes Rousset Nº 79.819 y 79.861, se describen procedimientos para la fabricación de fibras textiles huecas mediante la insuflación de una solución que lleva disuelta una substancia cualquiera que producirá las fibras textiles huecas, comprendidas las substancias que producen una emisión de gas dentro de los filamentos por la acción química ó térmica á la salida ó después de la salida de los filamentos de la tobera de insuflación. Estas fibras huecas pueden hundirse ó desgasificarse.



Con los procedimientos arriba citados se insufla una solución de viscosa normal, por ejemplo, la que se utiliza para fabricar fibras macizas artificiales modificadas según se ha descrito dentro de un baño coagulador normal, por ejemplo, un baño que contenga ácido sulfúrico y sulfato de sosa.

La solución viscosa normal contiene de ordinario del 6,8 al 7,8 por ciento de su peso de celulosa y tiene una alcalinidad, cuya razón es de 6,5 á 7,5 de celulosa. La alcalinidad total de una solución de viscosa se determina por valoración con heliantina mediante una solución valorada de ácido sulfúrico y se expresa con los términos NaHO .

En los procedimientos antes referidos la solución de viscosa que se utiliza se ha madurado hasta el grado normal corriente en la fabricación de fibras macizas.

El grado de madurez de una solución de viscosa puede exponerse en términos de punto de sal;

el punto de sal de una viscosa es el valor de concentración por ciento de una solución de por ejemplo cloruro sódico, que se necesita para coagular una gota de la viscosa particular cuando se introduce en ella.

El grado de madurez de una solución de viscosa, puede exponerse también por tiempo; por ejemplo, el número de horas que median entre su introducción en el mezclador y su insuflación en el baño coagulador, siendo conocida la temperatura de la solución de viscosa durante el periodo madurador.

En la fabricación de fibras macizas de seda artificial, se utiliza por lo general una viscosa cuyo punto de sal es aproximadamente 3,5 ϕ una viscosa en la que la madurez se define con términos de tiempo, siendo tal viscosa la que se ha mantenido á una temperatura de 13 $^{\circ}$ C durante 110 horas después de la introducción en el mezclador.

Los procedimientos que se acaban de mencionar dan por resultado la producción de una fibra hueca que con frecuencia no es lustrosa, y posee un centro hueco formado por burbujas contiguamente espaciadas, á veces unidas entre sí hasta formar secciones cortas de fibra de constitución tubular.

Si los procedimientos de Drut y Rousset antes aludidos, se realizan con una viscosa que no se haya sometido al grado normal de madurez conforme al que acabamos de definir, por ejemplo, una viscosa recién preparada ó una viscosa que solamente se haya madurado un poco, se produce una fibra artificial hueca y brillante. Esta puede ser una fibra hundida.

Ese procedimiento se describe en la pa-



tente Alsa Nº 88.184 y consiste en ejecutar los procedimientos expuestos en las Patentes Drut y Rousset, con una viscosa, cuyo punto de sal es mayor de 7, esto es, una viscosa que está muy verde. Para que se comprende bien lo que se significa con un punto de sal mayor de 7, puede decirse que una viscosa que tenga un punto de sal mayor de 7, es la que se ha mantenido á una temperatura de 13º C., durante un periodo madurador, cuyo máximo es aproximadamente de 65 horas.

El objeto del presente invento consiste en proporcionar un procedimiento mejorado para la fabricación de fibra hueca brillante. El procedimiento mejorado comprende el empleo de una viscosa que tenga las características particulares, más adelante definidas, y la insuflación ó introducción de esta viscosa en los baños coaguladores particulares que también se dejarán aquí definidos. Este procedimiento dá por resultado la producción de fibra hueca y brillante con el empleo de viscosa de varios grados de madurez. La fibra puede ser una fibra hueca hundida.

El procedimiento objeto del presente invento, comprende el empleo de una viscosa cuya razón de alcalinidad total está por bajo de 6:7.3, esto es, una viscosa en la que la alcalinidad total está por bajo de 6 si el contenido de celulosa es el 7.3 % de la viscosa. Esto se refiere á la alcalinidad total determinada antes de que se haga adición alguna para producir el núcleo hueco.

Para proporcionar una viscosa de esta alcalinidad total reducida, pueden adoptarse diversos métodos, por ejemplo.

Puede prepararse una celulosa de álcali, que tenga una proporción más pequeña de sosa que



la celulosa normal de álcali, ó puede disolverse xantato en agua ordinaria, ó en agua que contenga menos sosa que la generalmente empleada. Puede proporcionarse una viscosa de alcalinidad reducida sometiéndola á dialisis para quitar cualquier exceso de alcalinidad.

Antes de la operación de insuflación se disuelve carbonato sódico en la viscosa, en cantidades suficientes para la producción de fibras huecas. Es evidente que la presencia del carbonato sódico en la viscosa puede llevarse á cabo parcial ó totalmente agregando ácido carbónico ó bicarbonato en lugar del carbonato; en este caso, la adición del ácido carbónico ó bicarbonato ha de ser suficiente para reaccionar por lo menos el 0.5 % de la sosa cáustica contenida en una solución normal de viscosa.

La densidad del baño coagulador se determina por las proporciones de ácido sulfúrico y sulfato sódico disueltas en él y, al realizar los procedimientos descritos en las patentes Drut y Rousset antes referidas, con una solución de viscosa cuya alcalinidad era inferior á 6 con respecto á un contenido de celulosa de 7.3, hemos visto que para viscosa de diferentes razones de alcalinidad (todas por bajo de 6 á 7.3 de celulosa), pueden obtenerse efectos muy brillantes si la densidad del baño coagulador se halla entre determinados límites bien definidos. Si la densidad baja del límite inferior, desaparece el brillo debido al pronunciado agujereamiento en la superficie de la fibra, Si la densidad excede del límite superior, la fibra hueca es espumosa, esto es que tiene marcadas divisiones transversales ó tabiques.



Según el presente invento, el procedimiento para fabricar fibra artificial por insuflación de viscosa que tenga una alcalinidad cuya razón esté por bajo de 6 á 7,3 del contenido de celulosa (á que se le agrega un carbonato disuelto en él, fácilmente descomponible) en un baño coagulador que contenga ácido sulfúrico y sulfato sódico, se realiza de tal forma que para una viscosa de cualquier contenido alcalino dentro de los límites antes expuestos, y de cualquier grado de madurez, se pone la densidad del baño coagulador entre los límites superior é inferior referidos.



Estos límites se indican en el dibujo adjunto, que es un diagrama en el cual las ordenadas representan el grado de madurez de la viscosa medido por términos de tiempo, esto es, horas de madurez á 13° C., mientras las abscisas representan la composición de los baños coaguladores. La composición del baño se indica con las tres escalas siguientes:

Escala N° 1. - Densidades del baño coagulador á 45° C.

Escala N° 2. - Proporciones de sulfato de sosa en un baño que contiene 145 gramos de ácido sulfúrico por litro.

Escala N° 3. - Proporciones de sulfato de sosa en un baño que contiene 125 gramos de ácido sulfúrico por litro.

Tratándose de una viscosa que tenga 4 % de alcalinidad medida como NaOH y 7.3 % de celulosa, á la que se ha agregado carbonato de sosa en proporción suficiente para producir fibra hueca, y madurada á 13°C durante un periodo apropiado, insuflada en un baño que

contenga 145 gramos de ácido sulfúrico por litro, se obtiene el mejor brillo, si la proporción de sulfato de sosa queda entre los límites indicados por las líneas A.A. del diagrama adjunto.

Con dicha viscosa, que se ha madurado á 139 C durante un tiempo dado de por ejemplo 48 horas, se verá por el diagrama que debe utilizarse un baño coagulador, cuya densidad se halle entre 1200 y 1320, el cual baño tendrá una concentración de sulfato sódico entre 175 y 323 gramos por litro.

Si una solución similar de viscosa se insufla en un baño coagulador que contenga 125 gramos de ácido sulfúrico por litro, se obtiene el mejor brillo si la proporción de sulfato de sosa queda entre las curvas B.B. del diagrama.

Para baños de cualquier contenido usual ó practicable de ácido sulfúrico los límites apropiados de la concentración de sulfato sódico pueden determinarse mediante interpolación entre las curvas A y B.

Para una viscosa similar á la ya referida, pero que tenga una alcalinidad cuya razón sea de 6 á 7.3 de contenido de celulosa, insuflada en un baño semejante, esto es, que tenga un contenido de ácido sulfúrico de 145 gramos por litro, se obtiene el mejor brillo si la proporción de sulfato sódico queda entre los límites indicados por las líneas A'.A'. Si el baño tiene un contenido de ácido sulfúrico de 125 gramos por litro, se logra el mejor brillo si la proporción de sulfato sódico queda entre las curvas B'.B'.

Para insuflar viscosa de cualquier al-



calinidad entre 4 y 6 á 7.3 de celulosa, en un baño que contenga 145 gramos de ácido sulfúrico por litro, pueden determinarse los límites de la concentración de sulfato sódico interpolando entre las curvas A y A', y para insuflar viscosa similar en un baño que contenga 125 gramos de ácido por litro, pueden determinarse los límites de la concentración de sulfato sódico interpolando entre las curvas B y B'.

Las curvas del diagrama adjunto se refieren á los baños coaguladores que se mantienen á 45° C., durante la operación insufladora, pero son aplicables ó pueden ser esencialmente las mismas para temperaturas de baño entre 37° y 50°C.

Los ejemplos que preceden son aplicables á la viscosa que se haya madurado durante un periodo apropiado á 13° C., pero es evidente que son aplicables á la viscosa á que se ha dado un grado equivalente de madurez variando la temperatura y el periodo, y si, en realidad, la temperatura es diferente de 13° C., el periodo de tiempo aplicable á las ordenadas del diagrama, ha de variarse en conformidad.

Al baño coagulador pueden agregarse otros elementos que no destruyan el efecto lustroso de la fibra y que den por resultado efectos ventajoso bien conocidos, tales como sulfato de zinc y glucosa, en la industria de la seda artificial

Con el fin de explicar más ampliamente el proceso, se dan los siguientes ejemplos específicos:

Ejemplo 1. - Se prepara una solución de viscosa que tenga la composición siguiente: Celulosa 7.3 %, alcalinidad total 4 % como NaOH y que se



obtiene con la mezcla de xantato normal en agua. Se agrega carbonato sódico para alterar la alcalinidad hasta 7 %. Se permite que la solución de viscosa madure durante 73 horas á 13° C desde el comienzo de la etapa mezcladora. Esta viscosa se insufla en un baño coagulador que contenga 145 gramos de ácido por litro y 228 gramos de sulfato sódico por litro. Se obtiene una fibra de unos 0.3186 gramos. Diámetro de los orificios 12/100 m.m. Velocidad de insuflación 45 m. por minuto. Recorrido en el baño 35 c.m. Temperatura del baño 45° C. La fibra producida es hueca y brillante.

Ejemplo 2. - Se emplea la misma solución de viscosa, con una adición de carbonato, y se deja que madure durante 110 horas á 13° C., á contar desde el comienzo de la etapa mezcladora. Esta solución de viscosa se insufla en un baño coagulador que contenga 125 gramos de ácido por litro y 40 gramos de sulfato sódico por litro. Se obtiene una fibra de unos 0'3186 gramos. Diámetro de los orificios 12/100 m.m. Velocidad de infusflación 45 m. por minuto. Recorrido en el baño 35 cm. Temperatura del baño 45° C. La fibra producida es hueca y brillante.

Por el adjunto diagrama se verá que el periodo de tiempo en la vida de la viscosa (esto es, el periodo dentro de los grados apropiados de madurez) dentro del cual puede obtenerse con éxito fibra brillante, de conformidad con este invento, se vá haciendo mayor, según se reduce la alcalinidad, y en cualquier caso el periodo aprovechable, se compara muy favorablemente con el periodo aprovechable en la insu-



flación de fibras macizas de solución normal de viscosa.

Después de la coagulación, se trata el producto de igual manera que la fibra artificial maciza, es decir, que se somete á todas las operaciones á que es sometida la fibra artificial maciza al dejar las máquinas de insuflación.

El cambio de la fibra brillante á la fibra mate, debido á la creación de hoyos ó á la formación de células en la fibra, es naturalmente un cambio gradual y no un cambio repentino que tiene lugar en una concentración particular del baño, pero en la práctica hemos visto que coagulando la fibra insuflada de viscosa de la alcalinidad expuesta en baños preparados según se ha indicado en el diagrama adjunto, se obtiene una fibra que presenta un aspecto brillante.

Se comprenderá que el adjunto diagrama es apropiado para las condiciones particulares expuestas. Una modificación en una de las condiciones no tratadas anteriormente, por ejemplo, en la proporción de celulosa en la viscosa, puede exigir una modificación en el diagrama, y los experimentos previos indicarán las alteraciones necesarias.

-o- N O T A -o-

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

1º - Un procedimiento para la fabricación de una fibra hueca brillante de viscosa que contenga carbonato de álcali agregado, caracterizado por el hecho de que la viscosa, antes de agregar el car-



bonato y de cualquier grado de madurez, tiene una alcalinidad cuya razón con respecto á la celulosa es menor de 1:1.2, y de que se insufla en un baño coagulador que contiene ácido sulfúrico y sulfato sódico en las proporciones definidas por el diagrama adjunto.

2º - Un procedimiento, como el reivindicado en el punto 1º, en el que la viscosa, antes de agregar el carbonato sódico, tiene una alcalinidad menor de 6 % considerada como NaOH y tiene un contenido de celulosa de aproximadamente 7.3 %.

3º - Un procedimiento de acuerdo con lo reivindicado en el punto 1º, en el que la formación de carbonato de álcali, en la solución de viscosa, se efectúa mediante la adición de carbonato ácido ó bicarbonato sódico, que comprende la totalidad ó una parte solamente, del ácido carbónico necesario para producir el hueco de las fibras.

4º - En el procedimiento reivindicado en cualquiera de los puntos anteriores, la producción de una fibra artificial hueca y brillante.

5º - Un procedimiento mejorado para fabricar seda artificial.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

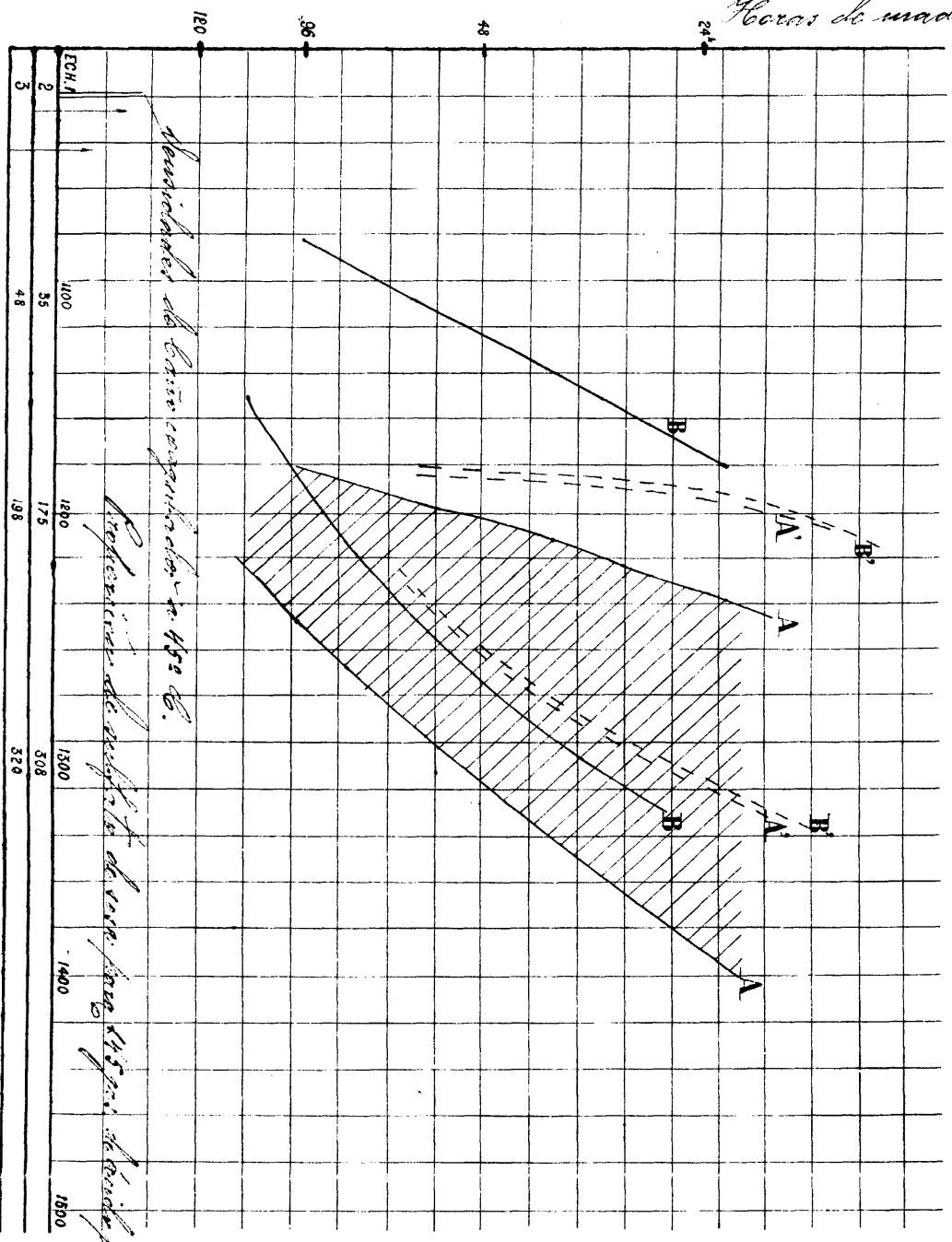
Esta Memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid 23 de marzo de 1926

P. A.
Alberto de Lizaburu
Por Poder



Horas de madureza



Seuicados de Coiro comprados a 450 c.

Preparados de acordo com a receita de 1450 c. de Coiro para 1800

ECHO	3	2	1400	1750	1500	1400	1800
	3	2	48	198	308		

RA.
 [Signature]
 [Stamp]

