

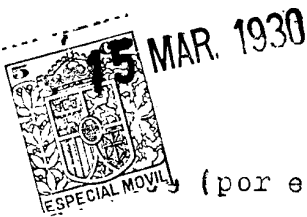
MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años por « Procedi -
miento para la fabricación de substancias artificiales »,
a favor del Doctor Leon LILIEFELD, residente en Wien (Austria)
Zeltgasse, 1.-

=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=

5 La necesidad de un proceso para la manufactura de materiales
artificiales especialmente de hilos artificiales que tengan
un grado elevado de tenacidad tanto en estado seco como húmedo
y por tanto un grado suficientemente elevado de extensibili-
dad (alargamiento hasta exactamente por bajo del punto de ro-
tura) es una laguna que se deja sentir en la industria. En las
industrias pertinentes y mas particularmente en el de la seda
artificial el problema de llenar esta laguna se considera como
de importancia vital.

10 El objeto del presente invento es poner remedio a esta deficiencia
Este invento se funda en la observación hecha por el inventor
de que es posible producir materiales artificiales y particu-
larmente hilos artificiales que tengan un grado elevado de te-
nacidad en estado seco o húmedo y también un grado elevado de
15 extensibilidad, poniendo en contacto xantato de celulosa con un
derivado halogenado de un alcohol divalente o polivalente o con
un derivado halogenado de un anhídrido de un alcohol di-o poli-



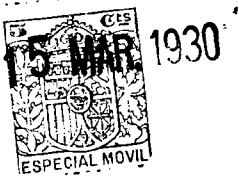
(por ejemplo epihalohidrina) dando después a la solución así obtenida la forma de un material artificial, por ejemplo de un hilo, y poniendo a la disolución así conformada en contacto con uno o varios agentes que tengan un efecto coagulante sobre la disolución y un efecto plastificante sobre el material artificial recién coagulado, o poniendo la disolución así conformada primero en contacto con un agente o agentes que tengan un efecto coagulante sobre el material conformado y luego en contacto con un agente o agentes que tengan un efecto plastificante sobre el material recién coagulado.

Las investigaciones del inventor no le han permitido establecer definitivamente en que consiste la parte química del invento.

En esto parece que los materiales artificiales producidos están constituidos por compuestos de celulosa o contienen compuestos de celulosa en los que se combinan con la molécula de la celulosa grupos o radicales que comunican elasticidad. Es evidente que los productos deben considerarse como compuestos de celulosa en los que uno o mas átomos de hidrógeno del hidroxilo de la molécula de celulosa están substituidos por radicales de alcoholes di- o polivalentes, los cuales pueden o no contener uno o mas grupos libres de hidroxilo o mezclas de celulosa o hidratos de celulosa con tales compuestos de la misma. No es imposible que en algunos casos los indicados compuestos de celulosa contengan también uno o mas grupos de CSS por lo que toca a la celulosa, con los indicados residuos alcohólicos unidos a ellos.

Sin embargo no se pretende limitar este invento a ningunas fórmulas o definiciones químicas puesto que aunque los productos son posiblemente compuestos o derivados de los tipos indicados, la composición final de los mismos productos no se conoce definitivamente.

En la memoria de la patente inglesa del inventor núm. 26928 de 1910, se propone agregar a la viscosa derivados halogenados de



alcoholes di- o polivalentes con el fin de producir en ella mercaptanes de los derivados halogenados con los productos intermedios de la reacción del xantato que contienen azufre (por ejemplo sulfuros alcalinos o poli-sulfuros alcalinos o tritio-carbonatos alcalinos) y/o con el grupo CSS de la misma viscosa, 55 de manera que el grupo CSS contenido en el xantato de celulosa se disocie y se forme celulosa libre o hidrato de celulosa.

Las recientes investigaciones del inventor indican que el curso de la reacción que tiene lugar al contacto de la viscosa con 60 derivados halogenados de alcoholes di- o polivalentes no debe seguir la marcha indicada en la memoria citada. Sea de esto lo que quiera dicha memoria no sirve para explicar el presente invento ya que este último depende del efecto de someter el producto del contacto de la viscosa con derivados halogenados 65 de alcoholes di- o polivalentes a la acción de uno o varios agentes que tienen un efecto plastificante sobre el material durante o después de su coagulación.

De igual manera el presente invento tampoco puede explicarse por otras indicaciones que se han hecho respecto al uso de los 70 derivados halogenados de alcoholes di- o polivalentes como agentes esterificantes de la celulosa, que pudieran aplicarse a la viscosa como un material afin entre otros, admitiéndose tales productos como utilizables para las diversas aplicaciones para las que se prestan o son convenientes los éteres o ésteres de 75 la celulosa.

En el presente invento parece que la cooperación del tratamiento de la viscosa con uno o varios derivados halogenados de poli-alcoholes (lo cual probablemente tiene por resultado la incorporación por introducción o unión a la molécula de la celulosa, 80 de uno o varios grupos o radicales que comunican elasticidad) con el efecto plastificante del baño de precipitación o el baño de hilatura producen un efecto nuevo, tal como hasta ahora no se



15 MAR 1930

4.-

na conseguido ni siquiera aproximadamente por ninguno de los procedimientos conocidos. Además gracias al presente invento es posible producir materiales artificiales en los que se reúnen tres propiedades que hasta ahora no se han visto aparecer simultáneamente en ningún material artificial. Un lustre suficientemente elevado, una tenacidad muy elevada en estado seco y húmedo y a pesar de esto un grado de extensibilidad suficiente para todas las aplicaciones prácticas.

Como ejemplo para ilustrar el invento aducimos el de la seda artificial:

Según el presente invento es posible producir seda artificial lustrosa que tiene una tenacidad en seco de mas de 2 gramos por dinero y en muchos casos de mas de 4 o 5 gramos por dinero y una tenacidad en húmedo superior a 1 gramo por dinero y que en muchos casos llega a 2 gramos y en algunos hasta 3-5 gramos por dinero y la cual, apesar de esto, posee una extensibilidad de unos 7 a 10 % y aún de 15 á 20 %.

La seda artificial de un elevado grado de tenacidad llamada "seda Lilienfeld", cuya extensibilidad se mejora por el sub- siguiente tratamiento con agentes contractores, es de un orden diferente por completo (veáanse las patentes del mismo inventor números - españolas 110.189 (Dilato); 103.104 (Tatonos); 113.558 (Hymitos); y la britanica número 323731 (Hymitos II)); además prescindiendo del hecho de que un tratamiento adicional subsiguiente de la seda artificial en madejas, en las cantidades en que estas se manufacturan en la actualidad aún en fábricas de capacidad media, constituye un proceso complicado que requiere considerable espacio, ocupa mucho tiempo y solo puede realizarse con el auxilio de muchas manos, la contracción consiguiente origina en todo caso una pequeña pérdida de lustre, una pérdida considerable del largo original y un aumento del título y en muchos casos una reducción de la tenacidad original. En contraposición con esto el presente procedimiento (sin ser mas compli-



15 MAR. 1930

5.-

115 cado y difícil en sus operaciones químicas o mecánicas que el procedimiento usual de la viscosa) produce precisamente durante al proceso de la hilatura, hilos lustrosos con un grado de tenacidad muy elevado y los cuales sin ningún tratamiento especial subsiguiente pueden poseer una extensibilidad por ejemplo de 10 o 15 %.

120 Añádase a esto la característica importante en cuanto puede juzgarse en la actualidad, de que la elasticidad en general y en particular la elasticidad después de plegar de los nuevos materiales artificiales, por ejemplo, de la nueva seda artificial, es considerablemente mas elevada que la de los hilos artificiales de elevada tenacidad hasta ahora conocidos.

125 En unión con los hilos artificiales, especialmente la seda artificial, el invento ofrece la ulterior ventaja de que en el proceso de hilatura los filamentos individuales (probablemente a causa de su elevado grado de elasticidad), no presentan ninguna

130 tendencia o solo muy ligera a romperse cuando el hilo se somete a estiraje adicional en el curso de la hilatura. El resultado de esto es que los hilos artificiales producidos de conformidad con este proceso en muchos casos no presentan o solo muy ligeramente tendencia a formar pelusa y por lo menos una tendencia menor a formar pelusa que la seda artificial producida de

135 la viscosa en iguales condiciones de hilatura. Para llevar alla práctica el presente invento se pone en contacto la viscosa con uno o varios derivados halogenados de alcoholes di- o polivalentes o de anhídridos de estos alcoholes, particularmente con una o varias halohidrinas, después de lo cual

140 la disolución del producto obtenido de esta manera recibe la forma de un material artificial, por ejemplo de hilo artificial y se pone en contacto con uno o varios agentes que producen un efecto coagulante sobre la disolución conformada y un efecto

145 plastificante sobre el material artificial recién coagulado. El aislamiento del producto no es necesario. Con otras palabras



MAR. 1930

6.-

basta con mezclar la viscosa con la cantidad correspondiente del derivado halogenado requerido de un polialcohol y finalmente convertir la disolución en un material artificial poniendola en
150 contacto con uno o varios agentes que producen un efecto coagulante sobre la disolución y un efecto plastificante sobre el material artificial recién coagulado, por ejemplo, sobre el hilo artificial. Si se requiere, puede acelerarse la reacción de la viscosa con el derivado halogenado calentando suavemente,
155 por ejemplo, a temperatura de 50 grados a 70° C.

Como material de partida en lugar de la viscosa, puede emplearse uno de los otros componentes de la celulosa que contengan el grupo CSS, por ejemplo, xantato graso de celulosa o un dixantato de la misma.

160 Parece ser esencial que el producto que ha de convertirse en la materia artificial debe contener el grupo o grupos CSS y por lo menos un radical de un alcohol di- o polivalente (el cual debe o no contener uno o mas grupos hidroxilos libres).

Por lo que respecta a la segunda fase del proceso, a saber, a
165 la producción de material artificial, por ejemplo a la producción de hilos, películas, cintas y similares artificiales, el procedimiento mas ventajoso es el de hacer pasar o impeler la disolución a través de orificios de forma conveniente dentro de un baño que produzca un efecto coagulante sobre la disolución
170 y un efecto plastificante sobre el material artificial recién coagulado, después de lo cual el producto coagulado, después de dejar el baño de precipitación, y si se quiere después de atravesar por el aire en un cierto espacio, se le conduce al mecanismo colector, por ejemplo una bobina o una centrifuga.

175 Un baño precipitante muy conveniente, que produce un efecto plastificante sobre el material artificial recién coagulado, por ejemplo sobre el hilo, puede ser: baños consistentes o que contengan no menos de 35 á 40 y con preferencia no menos de 45 %



180 de H_2SO_4 , o una cantidad equivalente de otro ácido mineral. Otros agentes con efecto análogo, por ejemplo, una disolución de un halogenado de cinc, solo o mezclado con un ácido o con otra sal o ambos, pueden también emplearse.

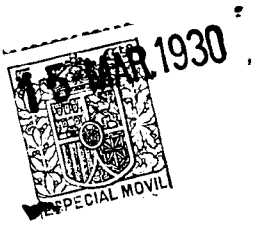
185 Si como agente plastificante se emplea ácido sulfúrico concentrado, se le puede utilizar solo o (ateniéndose siempre a las condiciones de la operación), mezclado con una o varias sustancias inorgánicas, por ejemplo con uno o varios ácidos minerales concentrados, por ejemplo ácido clorhídrico, ácido nítrico o ácido fosfórico, o con una sal neutra o ácida, como sulfato o bisulfato de sodio, sulfato de amonio, de magnesio o de cinc, bisulfito de sodio, sulfito de sodio, nitrito de sodio o ácido -bórico. A estos o a una mezcla de los mismos con otro ácido enérgico o con una o varias de las sustancias inorgánicas antes mencionadas, puede agregarse, (siempre que convenga en las condiciones en las que se emplea el ácido sulfúrico concentrado)

195 una cantidad conveniente de una o varias sustancias orgánicas, como glicerina o un azúcar, como glucosa o un alcohol o una sal de una base orgánica, por ejemplo una sal de anilina o un ácido orgánico, como ácido acético o fórmico o láctico u oxálico. Si se agrega una sal capaz de reaccionar con el ácido sulfúrico

200 concentrado formando un sulfato ácido o de reaccionar de otra forma con el ácido sulfúrico, la concentración de este deberá escogerse de manera que, después de consumirse la cantidad, de ácido necesaria para formar el sulfato ácido o para otra reacción, el baño precipitante contenga ácido sulfúrico libre de la

205 concentración requerida, pero nunca inferior a 35 partes en peso aproximadamente de monohidrato de ácido sulfúrico por 100 partes en peso de baño precipitante.

210 La parte de este procedimiento relativa a la fabricación de material artificial puede también conducirse obligando ante todo a la disolución a penetrar a través de agujeros de forma conveniente en un baño que produce un efecto coagulante sobre la di-



solución, pero ninguno a solo ligero efecto plastificante sobre el material artificial recién coagulado y luego este material artificial previamente coagulado se trata con un líquido que ejerce un efecto plastificante, por ejemplo con un baño precipitador con un elevado contenido de ácido mineral concentrado, en especial un contenido de por lo menos 35 % de monohidrato de ácido sulfúrico. Este método de realizar el proceso requiere por lo mismo dos baños. El segundo sirve para la plastificación.

215 El primero puede ser tal que la primera disolución coagule en forma soluble o insoluble en agua, por ejemplo, una disolución de sulfato de amonio o bisulfato de sodio, o ácido sulfurico diluido o un líquido que contenga sulfato de amonio y ácido sulfúrico o uno de los varios baños conocidos en la fabricación

225 de la seda artificial, como el baño Mueller o similares. Después de haber pasado en cierto trayecto a través de este baño, el hilo se introduce en un segundo baño compuesto de uno o varios ácidos minerales concentrados, o que contengan uno o varios de estos ácidos, por ejemplo no menos de 35 % de H_2SO_4 o una cantidad equivalente de otro ácido concentrado.

230

La acción del agente plastificante en o fuera del baño precipitante no debe continuarse tanto que cause perjuicio serio (o aún la destrucción del) al material artificial coagulado. Por este motivo es muy importante el interrumpir la acción sobre el material artificial, por ejemplo, hilo del agente plastificante en general y la del ácido concentrado en particular, iniciando el proceso de lavado a tiempo oportuno o sirviéndose de otros medios, por ejemplo exponiendo los hilos a una temperatura baja.

235 La detención de la acción del agente plastificante en general y del ácido concentrado en particular, se dispone preferentemente antes o cuando el material o hilo artificial llega al mecanismo colector (bobinas, devanaderas, centrifugas o similares). Unicamente cuando los materiales artificiales particularmente los

240



1930

245 hilos, se hallan reunidos en capas muy delgadas, se pospone por un tiempo muy breve la interrupción de la acción del agente plastificante y en particular del ácido mineral concentrado. Por razones prácticas, sin embargo, no es conveniente reunir en capas delgadas.

250 La tenacidad en seco y húmedo del material artificial y en particular de los hilos producidos en conformidad con el presente invento, se favorece comunicando al material artificial y en particular a los hilos, un estiraje adicional, por lo menos durante una parte de su recorrido entre la salida (o boquilla hiladora) y el mecanismo colector, esto es, sometiéndolo a un estiraje mayor de lo que es necesario para la formación del material artificial o hilo. Este estiraje puede efectuarse por cualquier de los métodos conocidos, a saber, bien en el baño precipitante o entre este baño y el mecanismo colector o en ambos puntos. Por ejemplo, la distancia entre el mecanismo colector y el baño puede hacerse considerable, o bien el material artificial o hilo puede conducirse sobre varillas, ganchos, rodillos o rodillos diferenciales, dispuestos en el baño precipitante o entre este y el mecanismo colector o en el baño precipitante y en el mecanismo colector. También puede producirse el estiraje utilizando 265 una velocidad muy elevada en el hilado por ejemplo de 100 a 120 metros por minuto. Una velocidad elevada en el hilado se puede recomendar en general, mientras en el curso de la fabricación de material artificial o en el hilado del hilo artificial no se apliquen medidas especiales para estirar el material artificial o el hilo.

270 Las demás condiciones de operar durante la segunda fase del proceso (esto es, la fabricación del material artificial) que deben observarse, tales como la temperatura del baño precipitante la longitud de la inmersión del material artificial por ejemplo el hilo, en el baño precipitante, la velocidad del hilado, la longitud del baño del material artificial o del hilo a



traves del aire entre el baño precipitante y el mecanismo colector y el grado del estiraje adicional, pueden modificarse dentro de amplios límites.

280 Después de lavado, el material artificial y particularmente los hilos, pueden someterse a la acción del vapor o calentarse antes o después del proceso de secado, lo cual en muchos casos produce un aumento ulterior de tenacidad.

285 Si se desea la extensibilidad del material artificial particularmente de los hilos, producido en conformidad con el presente procedimiento, puede aumentarse mas tratándolo con agentes contractores, por ejemplo en conformidad con los procesos descritos en las patentes españolas números 103,104; 110,189 y 113.558 y la patente británica número 323,731.

290 Es imposible indicar todas las condiciones para tener éxito en todos los casos y debe comprenderse que no pueden evitarse experimentos preliminares para encontrar las condiciones necesarias para el resultado, cuando se emplee una celulosa particular, una halohidrina particular, una forma particular de viscosa y detalles particulares en la operación de hilatura.

295 Los siguientes ejemplos han de servir como, ilustraciones prácticas del invento, el cual, sin embargo, no se limita a estos ejemplos.

Las partes se indican en peso.

300 I (a) á (i)

(a) 100 partes de pulpa de madera (contenido de agua 8 %) o de trapos deshilachados de algodón (contenido de agua 6 á 7 %) se introducen en 2.000 partes de disolución de sosa cáustica al 18 % y a una temperatura de 15° C y se dejan en ella durante tres horas, Luego la celulosa alcalina se prensa hasta que en el caso de la pulpa de madera pese 300 partes y en el caso de los trapos 340 partes. Se despedaza a una temperatura de 11 á 15° C, durante 2 1/2 á 3 horas, después de lo cual se agregan en el caso de la pulpa de madera 40 partes, y en el caso de los trapos



1930

310 60 partes de bisulfuro de carbono y se deja el bisulfuro actuar unas 8 horas a la temperatura de 18 a 20 ° C. Cualquiera exceso de bisulfuro de carbono se expulsa durante 10 á 15 minutos y el xantato a si producido se disuelve sirviéndose de una cantidad de sosa caustica y agua suficiente para actuar la disolución hasta un contenido de proximately 6, 5 % de celulosa analiticamente determinada, y 5 % de NaOH.

Despues de completada la disolución se agregan 20 partes de α -diclorhidrina 1:3-dicloro-2-propanol a la viscosa y removiendo bien se filtra luego la disolucion 3 veces a traves de algodón efectuándose dos de las filtraciones inmediatamente despues de su preparación, mientras que la tercera procede inmediatamente al proceso de hilatura. Antes de que la disolución de hilatura de hilo, se la deja envejecer o madurar durante 96 á 100 horas a una temperatura de 15° C. La hilatura se efectua como sigue:

325 La disolución de hilatura se prensa a una velocidad de 3.3 cm³ por minuto a traves de una boquilla de platino con 54 perforaciones de 0,1 mm de ϕ , dentro de un baño que contiene 65% de H₂SO₄ y a una temperatura de 16° C, siendo la longitud de inmersión del hilo en el ácido sulfurico de 20 cm. Luego el hilo se hace pasar en 120 cm a traves del aire y se enrolla en una bobina que gire a una velocidad que produzca una velocidad de hilatura de proximately 18 m., por minuto. Tres varillas de cristal se colocan angularmente entre si entre el baño de hilatura y la bobina sobre las cuales se conducen los hilos y asi se someten a un estirado o tensión adicional. La parte inferior de la bobina gira en agua, de manera que el ácido sulfurico se elimina o diluye considerablemente tan pronto como el hilo llega a la bobina. Luego se lavan los hilos, se purifican, se tuercen y acaban en la forma usual.

340 Los hilos obtenidos se componen de filamentos individuales de aproximadamente 2 á 2,5 dineros cada uno.

(b) Se opera en la misma forma que en (a), pero con la variación de que la temperatura del baño de hilatura es de 0° C.

345 (c) se opera del mismo modo que en (a) o (b) pero con la diferencia de que el baño contiene 70 % de H_2SO_4 .

(d) se opera de la misma manera que en (a) o (b) o (c), pero con la diferencia de que solo se descarga por minuto $1,6 \text{ cm}^3$, de la disolución de hilatura y de que las boquillas tienen 100 perforaciones de $0,08 \text{ mm}$ de diámetro.

350 El título de los filamentos individuales es aproximadamente de 0,5 á 0,7 dineros.

(e) La misma forma de operar que en (a) o (b) o (c) con excepción de que por cada minuto se descargan 3 cm^3 , de la disolución de hilatura, de que las boquillas poseen 100 aberturas de $0,08 \text{ mm}$ de diámetro y de que la velocidad de hilatura es de 30 m. por minuto. El título de los filamentos individuales es aproximadamente de 0,7 a 0,9 dineros.

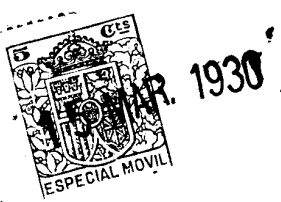
360 (f) El mismo modo de operar que (a) o (b) o (c), pero con la diferencia de que se descarga por minuto $6,6 \text{ cm}^3$, de la disolución de hilatura, de que las boquillas tienen 100 perforaciones de $0,08 \text{ mm}$ de diámetro y de que la velocidad de hilatura es de 40 m. por minuto.

El título de los filamentos individuales es de aproximadamente de 1 á 1,4 dineros.

365 (g) El mismo modo de operar que en (a), pero con la diferencia de que por minuto se descarga 3 cm^3 , de la disolución de hilatura, de que las boquillas tienen 24 perforaciones de $0,1 \text{ mm } \phi$, de que el baño de precipitación contiene 62 a 65 % de H_2SO_4 , de que tiene una temperatura de 0° C , y de que la longitud de inmersión del hilo en el baño precipitante es de 80 cm.

370 El título de los filamentos individuales es aproximadamente de 4 á 5,5 dineros.

(h) El proceso se conduce como en (f), pero con la diferencia de que la disolución de hilatura se carga a una velocidad de aproximadamente 14 cm^3 , por minuto, de que la velocidad de hilatura es de 100 á 120 m. por minuto y de que el hilo no se so-



mete a un estiraje adicional y de que la longitud de inmersión es de 80 á 10 cm.

380 (i) El mismo procedimiento que m (a) á (h) con excepción de que el baño precipitante contiene 40 % de H_2SO_4 .

II (a) á (j)

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos I (a) á (i), pero con la excepción de que en lugar de 20 partes, se emplean 10 partes de diclorhidrina.

385 III (a) á (i).

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos I (a) á (i), pero con la diferencia de que en lugar de 20 partes, se agregan 30 partes de α -diclorhidrina a la viscosa y de que la disolución así obtenida se deja envejecer aproximadamente 48 ho-
390 ras á 15° C.

IV (a) á (i).

El modo de operar es el mismo que en cualquiera de los ejemplos I (a) a (i), pero con la diferencia de que después de envejecer durante 72 horas, se agrega a la disolución tal cantidad de
395 disolución de sosa caustica al 50 % que el contenido de sosa caustica de la disolución de hilatura se eleve a 8 %.

V (a) á (i).

400 (a) La viscosa madre se prepara como en el ejemplo I (a), pero con la diferencia de que como celulosa de partida se emplea pulpa de madera o trapos de algodón, tales que producen viscosa de viscosidad bastante elevada, en particular si la viscosa contiene alguna ligera cantidad de celulosa, por ejemplo inferior a 5 % y con la diferencia de que para disolver el xantato se utiliza tal cantidad de sosa caustica y agua que se produzca una disolución
405 que contenga aproximadamente 3 % de celulosa (determinable por el analisis) y 5 % de NaOH, siendo la viscosidad de la viscosa así preparada proxiamamente de 1 á 2 si se la compara con glicerina de proxiamente 31 * B é (1,26 de peso especifico).

Inmediatamente despues de disolver el xantato de celulosa, se
410 agregan 20 partes de α -diclorhidrina a la viscosa, agitando
bien, y la disolución asi obtenida se deja envejecer a 15° C.
Durante el envejecimiento la disolución se filtra 3 veces a tra-
ves de algodón y despues de haber completado un envejecimiento
total de 72 á 80 horas, se hila como sigue:

415 La disolución de hilaturas se eyecta a una velocidad de 3,7
cm³ por minuto a traves de una boquilla de platino (con 100
agujeros de 0,08 mm de diametro) en un baño que contiene 65 % de
H₂SO₄ y a una temperatura de 16° C, siendo la longitud de inmer-
sion de los hilos en el acido sulfurico de 80 cm. Los hilos
420 se hacen luego pasar por el aire en una longitud de 120 cm. y se
enrollan en una bobina que gira a tal velocidad que se produce
una velocidad de hilatura de aproximadamente 18 m. por minuto. En
el paso por el aire se disponen en angulo 3 varillas de cristal,
sobre las que se mueve el hilo, aplicandose asi un estiraje o
425 tension adicional al mismo. La parte inferior de la bobina gira
en agua, de manera que se elimina el acido sulfurico o se di-
luye considerablemente tan pronto como el hilo llega a la bobina.
Luego los hilos se lavan, purifican, tuercen y se acaban en la for-
ma usual.

430 El hilo obtenido de esta manera se compone de filamentos indi-
viduales de aproximadamente 0,6 á 0,8 dineros.

(b) El modo de operar es el mismo que en (a), pero con la dife-
rencia de que la temperatura del baño coagulante es de 4° C.

(c) El modo de operar es el mismo que en (a) o (b), pero con
435 la diferencia de que el baño de hilatura contiene 70 % de H₂SO₄.

(d) Se procede como en (a) o (b), pero con la diferencia de
que el baño coagulante contiene 60 % de H₂SO₄.

(e) Se opera lo mismo que en (a) o (b), o (c o d), pero con la di-
ferencia de que se descargan por minuto 6,8 cm³ de la disolución
440 de hilatura y de que la velocidad de esta es de 30 m por minuto.

El título de cada filamento individual es de unos 0,6 á 0,8



1930

dineros.

445 (f) Se procede como en (a), (b), (c), o (d), pero con la diferencia de que la disolución de hilatura se descarga con una velocidad de 14,3 cm³ por minuto y de que la velocidad de hilatura es de unos 40 m. por minuto.

El título de la seda es de unos 1 á 1,3 dineros por cada hebra o filamento.

450 (g) Se procede como en (a), (b), (c), o (d), pero con la diferencia de que las boquillas de hilatura poseen 54 perforaciones de 0,1 mm. de diámetro y de que la disolución de hilatura se descarga con una velocidad de 7,6 cm³ por minuto.

El título de los filamentos individuales es aproximadamente de 2 á 2,6 dineros.

455 (h). Se procede como en (g), pero con la excepción de que la temperatura del baño precipitante es menor de 52 C.

460 (i) Se procede como en (a), (b), (c) o (d), pero con la diferencia de que las boquillas tienen 24 agujeros de 0,1 mm de diámetro y de que la disolución de hilatura se descarga con una velocidad de 6,8 cm³ por minuto.

El título de los filamentos individuales es aproximadamente de 4 á 5 dineros.

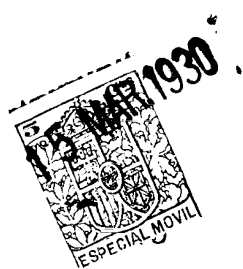
(k) Se procede como en (i), pero con la diferencia de que la temperatura del baño precipitante es menor de 52 C.

465 (l) El proceso se conduce como en (f), pero con la diferencia de que la disolución de hilatura se descarga con una velocidad de unos 30 cm³, por minuto, de que la velocidad de hilatura es de unos 100 á 120 m. por minuto de que el hilo no se somete a estiraje adicional y de que la longitud de inmersión es de 80 á 100 cm.

470

VI (a) á (l).

El proceso se conduce en la misma forma que en cualquiera de los ejemplos V (a) á (l), pero con la diferencia de que la disolución de hilatura se deja envejecer 24 á 48 horas, calcu-



landose unicamente este tiempo desde el comienzo de la fase disolvente. La concentracion del acido sulfurico es por termino medio mas elevada, esto es, aproximadamente 5 % mas elevada que en los ejemplos (a) y (b) y (f) á (h).

VII (a) á (1).

480 El proceso se conduce en la misma forma que en cualquiera de los ejemplos V (a) á (1) ó VI (a) á (1), pero con la excepci3n de que en lugar de 20 partes, se emplean 30 partes de α -diclorhidrina.

VIII (a) á (1).

485 El proceso se conduce en la misma forma que en cualquiera de los ejemplos VII (a) á (1), pero con la excepci3n de que, en lugar de 30 partes se emplean 10 partes de α -diclorhidrina.

IX (a) á (1).

490 (a) La disoluci3n de hilatura se prepara en la misma forma que en el ejemplo II (a), pero con la diferencia de que el xantato de celulosa se disuelve en tal cantidad de sosa cuastica y agua que la disoluci3n contenga aproximadamente 6,5 % de celulosa (determinable por analisis) y 8 % de NaOH.

495 La hilatura se realiza como en cualquiera de los ejemplos I (a) á (i).

X (a) á (i).

El modo de operar es el mismo que en cualquiera de los ejemplos IX (a) á (i), pero con la variante de que en lugar de 10 partes, se emplean 20 partes de α -diclorhidrina.

500 Las concentraciones de los acidos de hilatura que se varian son las siguientes:

	Método de hilatura (a) y (b)	61 á 65 %	H ₂ SO ₄ .
	" " "	(d) 55 á 65 %	"
	" " "	(e) 60 á 64 %	"
505	" " "	(f) 55 á 65 %	"
	" " "	(g) y (h) 58 á 65 %	"



XI (a) á (i).

El modo de operar es el mismo que en cualquiera de los ejemplos IX (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 10 partes, se emplean 30 partes de α -diclorhidrina.

510

Las concentraciones de los ácidos de hilatura que se varían son las siguientes:

Método de hilatura (a) y (b) 60 á 65 % de H_2SO_4 .

" " " (d) 55 á 60 % de "

515

" " " (e) y (f) 55 á 62 % " "

" " " (g) y (h) 55 á 60 % " "

" " " (i) 40 % " "

XII (a) á (i).

El modo de operar es el mismo que en cualquiera de los ejemplos I (a) á (i) u XI (a) á (i), pero con la diferencia de que antes de hilar, la disolución de hilatura se deje envejecer 48 horas a 15° C. Se pueden emplear concentraciones de ácidos de hilatura mayores en los ejemplos (a) á (h), por ejemplo 68 á 71 % de H_2SO_4 .

520

525

XIII (a) á (i).

El modo de operar es el mismo que en cualquiera de los ejemplos IX (a) á (i), pero con la diferencia de que en lugar de 10 partes, se emplean 40 partes de α -diclorhidrina y de que la disolución de hilatura se deja envejecer solo 48 horas.

530

Las concentraciones de los ácidos de hilatura que se varían son las siguientes:

Métodos de hilatura (a) y (b) 58 á 64 % de H_2SO_4 .

" " " (d) 52 á 60 % " "

" " " (e) 55 á 60 % " "

535

" " " (f) 58 á 62 % " "

" " " (g) y (h) 55 á 60 % " "

" " " (i) 40 % .

XIV (a) á (b) y (f) á (i).

El proceso se conduce de la misma manera que en cualquiera de



540

los ejemplos IV (a) á (b) y (f) á (i), pero con la diferencia de que en lugar de 20 partes, se emplean 10 partes de α -diclorhidrina y de que el xantato de celulosa se disuelve en agua para obtener una disolución que contenga aproximadamente 6,5 % de celulosa y 3,2 % de NaOH. Durante el envejecimiento de la viscosa tratada con la diclorhidrina, se gelatiniza.

545

Después de 72 horas se agrega disolución de sosa caustica al 50 % para aumentar el contenido en sosa caustica al 8 %.

XV (a) á (b) y (d) á (i).

550

El modo de operar es el mismo que en cualquiera de los ejemplos XIV (a) á (b) y (d) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 10 partes, se añaden 20 partes de α -diclorhidrina a la viscosa.

Las concentraciones de los ácidos de hilatura que se varían son las siguientes:

555

Método de hilatura (a) y (b) 57 á 62 % de H_2SO_4 .

" " " (d) 56 á 60% " "

" " " (e) 55 á 60% " "

" " " (f) 58 á 62% " "

" " " (g) y (h) 55 á 58% " "

560

" " " (i) 40%.

XVI (a) á (i).

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos X (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes de α -diclorhidrina, se emplean 25 partes de α -diclorhidrina.

565

XVII (a) á (i).

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes de α -diclorhidrina, se emplean 28 partes de diclorhidrina de manita, que antes de agregarse la viscosa, se disuelven en la disolución de sosa caustica destinada a disolver el xantato de celulosa.

570



XVIII (a) á (b) y (d) á (i).

575 El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos I (a) á (h) y (d) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes de α -diclorhidrina se emplean 15 partes de clorhidrina de etileno.

Las concentraciones de los ácidos de hilatura son los siguientes:

580 Método de hilatura (a) y (b) 60 á 68 % de H_2SO_4 .
" " " (d) á (h) 58 á 60 % " "
" " " (i) 40 %.

XIX (a) á (b) y (d) á (i).

585 El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos XVIII (a) á (b) y (d) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 15 partes, se agrega a la viscosa 20 partes de clorhidrina de etileno. Las concentraciones de los ácidos de hilatura empleadas en los métodos (a) á (b) y (d) á (h), son 55 á 57 % de H_2SO_4 .

XX (a) á (i).

590 El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos I (a) (i), pero con la diferencia de que en lugar de 20 partes de α -diclorhidrina, se agregan a la viscosa 20 partes de clorhidrina de etileno, dejándose envejecer o madurar la solución obtenida de hilatura durante 48 horas á 15° C.

XXI (a) á (i).

595 El proceso se conduce en la misma forma que en cualquiera de los ejemplos IV (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes de α -diclorhidrina se emplean 15 á 20 partes de clorhidrina de etileno.

XXII (a) á (b) y (d) á (i).

600 El proceso se conduce en la forma indicada en cualquiera de los ejemplos X (a) á (b) y (d) á (i), pero con la diferencia de que en lugar de la α -diclorhidrina se emplean 20 partes de clorhidrina de etileno.

605 Las concentraciones de los ácidos de hilatura son las siguientes:



	Método de hilatura (a) y (b)	60 a 62 %	de H ₂ SO ₄
	" " "	(d) 55 á 60 %	" "
	" " "	(e) 58 á 60 %	" "
	" " "	(f) 55 á 58 %	" "
610	" " "	(g) y (h) 55 á 58 %	" "
	" " "	(i) 40 %	

XXIII (a) á (i)

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos XI (a) a (i) pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes de α -diclorhidrina, se emplean 30 partes de clorhidrina de etileno.

XXIV (a) a (b) y (d) á (i)

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos XVIII (a) á (b) y (d) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de clorhidrina de etileno, se emplean 15 partes de monoclorhidrina de glicerina.

Las concentraciones de los ácidos de hilatura son las siguientes:

	Método de hilatura (a) y (b)	60 á 65 %	de H ₂ SO ₄
625	" " "	(d) 55 á 58 %	" "
	" " "	(e) 56 á 60 %	" "
	" " "	(f) 57 á 60 %	" "
	" " "	(g) y (h) 57 á 62 %	" "
	" " "	(i) 40 %	

XXV (a) a (i)

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos IV (a) a (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes de α -diclorhidrina, se emplean 15 á 20 partes de α -monoclorhidrina de glicerina.

XXVI (a) a (i)

Se opera como en cualquiera de los ejemplos X (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes de α -di-



clorhidrina se emplean 15 a 20 partes α -monoclorhidrina de glicerina.

640

XXVII (a) á (i).

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos XI (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de α -diclorhidrina se emplean 30 partes de α -monoclorhidrina de glicerina.

645

XXVIII (a) á (i).

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos II (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de α -diclorhidrina se emplean 10 partes de epiclorhidrina.

XXIX (a) á (b) y (f) á (i).

650

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos XVIII (a) á (b) y (f) á (i), pero con la diferencia de que en lugar de 15 partes de clorhidrina de etileno, se emplean 20 partes de epiclorhidrina.

XXX (a) á (i).

655

Se opera del mismo modo que en cualquiera de los ejemplos X (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de α -diclorhidrina, se emplean 20 partes de epiclorhidrina.

XXXI (a) á (b) y (f) a (i).

660

Se opera del mismo modo que en cualquiera de los ejemplos XXIX (a) á (b) y (f) a (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 20 partes, se emplean 30 partes de epiclorhidrina.

XXXII (a) á (i).

665

Se opera del mismo modo que en cualquiera de los ejemplos IX (a) á (i), pero con la diferencia de que la disolución de hielatura se deja madurar 120 horas a una temperatura de 15° C.

XXXIII (a) á (i).

670

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos IX (a) á (i), pero con la diferencia de que en lugar de α -diclorhidrina se emplean 10 partes de clorhidrina de propileno.

XXXIV (a) á (i).

El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos

XXXIII (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 10 partes se emplean 20 partes de clorhídrica de propileno.

XXXV (a) á (i).

675 El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos IX (a) ;á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de 10 partes de α -diclorhídrica, se emplean 15 partes de clorhídrica de trimetilenoglicol.

XXXVI (a) á (i).

680 El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos I (a) á (i), pero con la diferencia de que, en lugar de α -diclorhídrica se emplean 20 partes de triclorhídrica, siendo las concentraciones de los ácidos empleados en (a) á (h), 65 a 70 % de H_2SO_4 .

XXXVII.

685 El proceso se conduce como en la forma que se describe en cualquiera de los ejemplos precedentes, pero con la diferencia de que la celulosa alcalina, antes de ponerse en contacto con el bisulfuro de carbono, se deja madurar a la temperatura de 15° C, durante 48 horas .

XXXVIII.

690 El proceso se conduce como en cualquiera de los ejemplos XII pero con la diferencia de que se presan 7 cm³, por minuto de disolución de hilatura a través de una boquilla de platino con 100 perforaciones de 0,08 mm. de diámetro, de que la velocidad de hilatura es de 60 m. por minuto, de que el ácido sulfúrico se emplea como baño de hilatura con 78 % de concentración a una temperatura de 82° C; de que la longitud de inmersión es de 20 cm. y la longitud del paso por el aire de 40 cm.

700 La hilatura por tanto puede realizarse en ácido sulfúrico de 82 % de H_2SO_4 .

XXXIX (a) á (i).

Se opera en la misma forma que en cualquiera de los ejemplos precedentes, pero con la diferencia de que el baño de hila-

tura contiene 10 % de sulfato amonico agregado al ácido sulfúrico concentrado.

XL (a) á (i).

Se opera en la misma forma que en cualquiera de los ejemplos precedentes, pero con la diferencia de que el baño de hilatura contiene 5 á 7 1/8 % de glucosa agregada al ácido sulfurico concentrado.

710

XLI (a) á (b).

Una de las disoluciones de hilatura, producida en conformidad con cualquiera de los ejemplos precedentes, se hila en la forma conocida en uno cualquiera de los siguientes baños:

715

(1) En una disolución de sulfato de amonio de 25 á 30 %.

(2) En un baño compuesto de 500 partes de bisulfato sódico, 76 partes de ácido sulfurico de 66° Bé y 587 partes de agua, baño que se pone a la temperatura del local o a temperatura elevada, por ejemplo de 50° C, ó

720

(3) En un baño compuesto de 982 partes de agua, 180 partes de sulfato sodico, 60 partes de sulfato amonico, 15 partes de sulfato de cinc, 135 partes de glucosa y 128 partes de ácido sulfurico de 66° Bé.

725

El hilo coagulado se introduce de uno de estos baños citados, dentro de un baño de la composición siguiente:

(1) ácido sulfúrico de 70 % en H_2SO_4 , ó

(2) ácido sulfúrico de 60 á 65 % en H_2SO_4 , ó

(3) ácido sulfúrico de 55 % de H_2SO_4 , ó

730

(4) una disolución de 13.3 partes de sulfato amonico en 120 partes en peso de ácido sulfúrico de 62 á 70 % en H_2SO_4 , al que se hallan agregado 9 a 10 partes de ácido sulfúrico de 66° Bé.

La temperatura del segundo baño puede ponerse por bajo de la del local, por ejemplo de 0, -10° C, o a la temperatura del local, por ejemplo a 25-43° C.

735

La longitud de inmersión del hilo en el segundo baño puede ser ligera, por ejemplo de 20 cm. o larga, por ejemplo de 30 á



120 cm. ó mayor.

740 Los hilos se estiran por uno de los métodos conocidos, a saber, bien en el segundo baño o después de haberlo abandonado. Este puede disponerse haciendo la distancia del mecanismo colector desde el segundo baño precipitante bastante larga, o conduciendo los hilos sobre una o varias varillas, ganchos, rodillos o rodillos diferenciales, dispuestos entre la boquilla y el mecanismo colector en el segundo baño o fuera de él, o en ambos puntos.

745 Los hilos se recoger mientras el ácido sulfúrico se elimina o diluye, lavando como se ha descrito anteriormente y los hilos finalmente se lavan por completo, se secan y tratan en la forma descrita en el ejemplo I.

750 (b) El proceso se conduce como en (a), pero con la diferencia de que para el segundo baño se emplea ácido clorhídrico de 40 %.

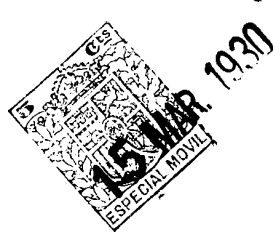
XLII (a) á (i).

755 El proceso se conduce como en el cualquiera de los ejemplos II (a) á (i), pero con la diferencia de que además se añaden a la viscosa 10 partes de α -diclorhidrina, 10 partes de clorhidrina de etileno ó de α -monoclorhidrina.

760 Según los ejemplos anteriores se obtiene seda artificial lustrosa que posee una tenacidad en seco de mas de 2 y en algunos casos (casos) hasta de 6 gramos por dinero, en muchos casos superior a 4 y aún a 5 gramos por dinero, una tenacidad en húmedo de proxímanente 1 a 1,5 gramos por dinero, en muchos casos de 3 a 4 gramos y en algunos casos hasta mas de 4 gramos por dinero, y a pesar de esto, una extensibilidad de por lo menos 7 % próximamente y en algunos casos hasta de 15 % y aún de 20 % y aún mas.

765 En los ejemplos precedentes para obtener el estiraje artificial pueden emplearse rodillos diferenciales de velocidad variable.

En todos los ejemplos precedentes puede también interrumpirse la acción del ácido, sometiéndolo los hilos al abandonar el baño, compuesto o que contiene ácidos concentrados, a una temperatura baja por ejemplo de - 5 á - 15^a C, antes de lavarlos, lo cual



puede efectuarse por ejemplo, reuniéndolos en una bobina hueca que contenga un agente refrigerante, por ejemplo, ácido carbónico sólido o una mezcla congelante o hielo.

Los ejemplos de fabricación de fibra bruta se deducen automáticamente de los anteriores.

775

Cuando los hilos se han lavado, se los puede calentar o someter al vapor a temperaturas elevadas (por ejemplo, de 100 a 110° C) antes o después del proceso de secado.

La desulfuración y blanqueo de los hilos se puede realizar en la forma conocida.

780

XLIII.

Una disolución de hilatura, producida en la forma descrita en cualquiera de los ejemplos precedentes, se introduce del modo conocido dentro de uno de los baños plastificantes citados en los ejemplos precedentes, a través de una tolva o hendidura y la cinta coagulada, después de haber pasado por este baño, se lava y seca en la forma conocida.

785

XLIV.

Una tela de algodón se impregna o carga o se recubre una o varias veces en una máquina conveniente, por ejemplo, en una máquina de imprimación o en una máquina de cargar tinajas o en una máquina de difusión, con una disolución de hilatura producida en la forma descrita en cualquiera de los ejemplos precedentes, a la cual disolución puede agregarse un material de relleno, tal como talco o gres, (por ejemplo 100 á 200 % calculados por el peso de la celulosa) y un colorante o pigmento, como mica, negro de lámparas etc. y sin secarse, si es necesario en estado de tensión se pasa a través de un baño con una composición de uno de los baños plastificantes mencionados en los ejemplos precedentes. La tela preparada o recubierta se lava luego y se seca.

790

795

800

XLV.

El xantato de celulosa (esto es, la masa de reacción después del proceso de sulfuración) obtenida en el ejemplo I (a) se di -



805

suelve en tal cantidad de sosa caústica y agua que produzca una viscosa que contenga aproximadamente 15 a 20 % de celulosa determinable por análisis y 8 % a 10 % de sosa caústica. Después la disolución 10-20 partes de α -diclorhídrica o de etilenclorhídrica se agitar o amasar en la viscosa de 15 a 20° C, después de lo cual, inmediatamente después de la incorporación de la α -diclorhídrica o etilenclorhídrica, o después de haber dejado a la masa en reposo durante 12 a 24 horas de 10 á 15° C, la disolución pastosa se emplea para empastar o pegar uno o mas pares de hojas de cartón o tela gruesa o similar. Si se quiera, el material puede emplearse o calandrarse, entonces se introduce en ácido sulfúrico de 50 á 60 % de concentración a -5° C y se le deja reposar en ácido sulfúrico, hasta que el ácido ha penetrado en el material después de lo cual el material se lava para dejarlo libre de ácido y se seca.

815

XLVI.

820

En una máquina amasadora, se amasar íntimamente 10 partes de α -diclorhídrica o 10 partes de etilenclorhídrica en una pasta de xantato de celulosa, por ejemplo una pasta que contenga 20 á 30 % de celulosa determinable por análisis y 10 á 15 % de sosa caústica. Después de que la masa se ha hecho homogénea, se priva de burbujas de gas, (si existen) en la amasadora de vacío, y después bien inmediatamente después de la operación o después de haber reposado 24 horas a 10-15° C, se le dá la forma de una placa gruesa. La placa gruesa se introduce ahora en ácido sulfúrico de unos 60 % de concentración a -5° C donde permanece hasta que la placa se solidifica. La plancha gruesa coagulada se priva ahora del ácido por lavado y se seca, y si se quiere, se desulfura y/o blanquea como se ha descrito en los ejemplos relativos a los hilos artificiales.

825

830

XLVII.

835

En vez de inmergir, la placa gruesa mencionada en el ejemplo XLVI directamente en ácido, puede primero inmergirse en una diso-



lución de sulfato amónico al 25 % a 20° C, se la deja reposar en ella durante largo tiempo (según el espesor de la placa 10 minutos a 3 horas), después se introduce la placa en ácido sulfúrico de 55-60 % de concentración a -5° C, durante poco tiempo y después se lava y se seca.

840

XLVIII.

1.000 partes de una disolución de hilatura producida del modo descrito en cualquiera de los ejemplos I - III - ó VI - XXXVI, se mezclan con 50-60 partes de blanco de cinc o mica finamente dividida o con 10-20 partes de negro de humo y después se estampa en una máquina de rodillo estampador sobre una tela de algodón. Después de haberlo estampado, la tela de algodón si se quiere, después de haberse secado rápidamente se introduce en uno de los baños plastificantes mencionados en los anteriores ejemplos, y después de haberse hecho pasar por este baño, se priva de ácido por lavado y se seca y si se quiere, se desulfura y/o blanquea.

845

850

Observación general: Donde en los anteriores ejemplos se ha usado α -diclorhídrica, puede usarse en su lugar la β -diclorhídrica.

855

XLIX .

Se procede exactamente como en el ejemplo XLVIII pero con la diferencia de que antes de introducir en el baño coagulante la tela impregnada se la seca de 40 á 60° C.

860

En los ejemplos precedentes, en lugar de los derivados de cloro, pueden emplearse cantidades equivalentes de derivados de bromo, o de yeso.

865

En los ejemplos precedentes, en lugar de los derivados halogenados indicados, pueden emplearse cantidades equivalentes de otros derivados halogenados, por ejemplo, clorhídrica de pinacona (clorhídrica de tetrametiletileno), clorhídrica de manita, o critrita, diclorhídrica de critrita, clorhídrica de pentacritrita, diclorhídrica de pentacritrita, diclorhídrica de manitano, mono-



870

clorhídrica de dulcitaro, clorhídrica de divinilotilenoglicol, clorhídrica de fenilpropanol, clorhídrica de naftilpropanol, clorhídrica de 4-metoxinaftilpropanol y similares.

Los ejemplos anteriores pueden ser modificados usando ácido clorhídrico de 36 a 42 % aproximadamente como el baño de hilado.

875

En lugar de ácido clorhídrico o sulfúrico concentrados, puede también emplearse ácido nítrico concentrado, por ejemplo, con un contenido de 60 á 90 % de HNO_3 , ó ácido fosfórico concentrado, por ejemplo de 1,5 a 1,86 de peso específico, ó ácido arsénico concentrado, por ejemplo con un contenido de 60 á 90 % H_3AsO_4 , o una disolución concentrada de cloruro cincico de aproximadamente 60 %, conteniendo aproximadamente 4 á 6 % de ácido clorhídrico, en pocas palabras, cualquiera agente que posea un efecto plastificante sobre el material artificial recién coagulado, por ejemplo el hilo.

880

885

En los ejemplos precedentes para la preparación de la viscosa, en lugar de celulosa al sulfito o algodón deshilachados, puede también emplearse algodón o pulpa de madera, tratada previamente en frío o caliente con un ácido diluido, por ejemplo ácido clorhídrico o sulfúrico y en general, puede emplearse cualquier material de celulosa, como los que se proponen en la fabricación de viscosa. Los anteriores ejemplos pueden también modificarse, haciendo que la celulosa alcalina, antes de tratarse con bisulfuro de carbono, se deje madurar por un periodo menor que el establecido en el ejemplo XXXVII (de 48 horas), por ejemplo a 24 ó 36 horas, o mayor, por ejemplo de 60 á 72 horas a una temperatura de 15 a 20° C.

890

895

900

Como norma por lo que se refiere a la cuestión de si la celulosa alcalina se ha de dejar o no madurar antes de llevarse junto con el bisulfuro de carbono, puede, entre otras, servir la viscosidad deseada de la disolución que se ha de trabajar en material artificial en general e hilos artificiales en particular, y en unión con ellos la viscosidad de la clase de celulosa a que se



905

refiere. Si se quiere dar a la disolución una viscosidad definida entonces la celulosa alcalina producida de la clase de celulosa en cuestión, se somete a un proceso de madurez, si, sin madurar esta clase de celulosa produce una viscosidad mas elevada. Sin embargo, si se presenta desde el principio el grado de viscosidad, esto es, sin madurar, la madurez es superflua. Ahora bien, como las viscosidades de diferentes clases de celulosa en el comercio (trapos y pulpa de madera) difieren mucho entre sí, la

910 cuestión de la madurez depende en la mayoría de los casos por un lado de la viscosidad deseada de la disolución inicial requerida para la fabricación de material artificial y por otro lado de la viscosidad de la clase de celulosa a trabajar.

915

Aunque según la práctica ordinaria, el término "oxi" comprende también el "hidroxi" para evitar toda mala inteligencia debe advertirse que en la memoria y en las notas el término "oxi" debe entenderse como comprendiendo también el "hidroxi".

920

La expresión "un derivado halogenado de un alcohol di o polivalente", incluye, siempre que el contexto lo permita, los derivados halogenados de alcoholes di o polivalentes, (bien contengan o no tales derivados un grupo de hidroxilo) lo mismo que los derivados halogenados de los anhídridos, ésteres y éteres de tales alcoholes.

925

El término "alquilo" ó "oxialquilo" ó "hidroxialquilo" debe comprenderse que incluye los radicales halogenados o no halogenados de los alcoholes di- o polivalentes por ellos mismos o en combinación con uno o varios oxígenos o hidroxilos.

930

El término "radicales de alcoholes di o polivalentes" incluye los radicales halogenados o no halogenados de alcoholes di o polivalentes por sí mismos o en unión con uno o mas oxígenos o hidroxilos.

La expresión "viscosa o xantato de celulosa", siempre que lo permita el contexto, incluye xantatos de celulosa o sus disoluciones o sus derivados o disoluciones de derivados de xantato



935 de celulosa.

La expresión " material artificial " utilizada en la memoria y las notas incluye: Hilos artificiales, en particular seda artificial; películas; envolturas y capas de todas clases; materia -
940 lada para preparación de textiles, papel, cuero y similares; enco-
lados para filástica, tela para libros; cuero artificial; adhe-
sivos y cementos; placas y composiciones plásticas en general;
agentes espesantes o fijadores para pigmentos en el estampado
de textiles y similares.

El término " hilos artificiales " comprende hilos artificiales
945 y material hilado de todas clases, por ejemplo, seda artificial,
fibra bruta, algodón artificial, lana artificial, pelo artifi -
cial y paja artificial de cualquier clase.

La expresión " ácidos minerales concentrados " comprende ácido
950 sulfúrico de por lo menos 35 % de H_2SO_4 , con preferencia de 45 %
de H_2SO_4 y por lo que toca a otros ácidos minerales, disolucio-
nes de concentración equivalentes.

La expresión " ácido sulfúrico concentrado " ó " ácido sulfú-
rico " que contiene por lo menos 35 % de monohidrato de ácido sul-
fúrico comprende ácido sulfúrico con un contenido de 35 a 98 %
955 de H_2SO_4 .

N O T A.-

Descrito suficientemente el presente invento lo que se decla-
ra como de novedad e invención propia, son las siguientes reivin-
dicaciones:

1.- Procedimiento para la fabricación de sustancias artifi-
960 ciales caracterizado porque un producto de la acción de un deri-
vado halógeno de un alcohol di- o polivalente sobre la viscosa
se hace de la conformación o forma apropiada y se hacen actuar
sobre el un agente o agentes que posee o poseen un efecto coagu-
lante sobre el material conformado y un efecto plastificante sobre



965

el material recién coagulado.

970

2ª.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, modificado de manera que sobre el producto que recibe la forma de un material artificial se hace actuar sobre él primero un agente que posea un efecto coagulante sobre el material conformado y después un agente que posea un efecto plastificante sobre el material recién coagulado.

975

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el producto de la acción de un derivado halogenado de un alcohol di- o polivalente sobre viscosa recibe la forma de un material artificial y se hace actuar sobre un medio que contiene por lo menos 35 % de monohidrato de ácido sulfúrico o una cantidad equivalente de otro ácido mineral.

980

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el efecto plastificante se produce por un medio que contiene por lo menos 35 % de monohidrato de ácido sulfúrico o una cantidad equivalente de otro ácido mineral.

985

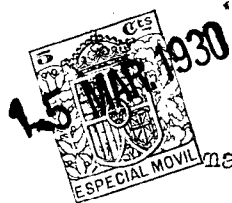
5ª.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 3 ó 4, caracterizado porque el agente plastificante utilizado contiene no menos de un 50 % de monohidrato de ácido sulfúrico y no mas de unos 73 % de monohidrato de ácido sulfúrico.

990

6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque uno o mas grupos o radicales que comunican elasticidad, (por ejemplo radicales de ácidos o alcoholes, por ejemplo alcoholes halogenados o no halogenados di- o polivalentes) se incorporan con un derivado de celulosa que contiene uno o mas grupos CSS y el producto así obtenido recibe la forma de un material artificial y se hace actuar sobre él uno o mas agentes, por ejemplo ácido mineral concentrado que posee un efecto coagulante sobre el material conformado y un efecto plastificante sobre el material recién coagulado.

995

7ª.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 6, caracterizado porque sobre el producto que recibe la forma de un



1000 material artificial se hace actuar primero uno o mas agentes que poseen un efecto coagulante sobre el material conformado y después uno o mas agentes, por ejemplo ácido mineral concentrado, que poseen un efecto plastificante sobre el material recién coagulado.

1005 8ª.- Procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque durante una parte de su trayectoria desde la salida, por ejemplo la boquilla de hilatura, al dispositivo colector, el material artificial, por ejemplo hilo, se dilata hasta un grado mayor que el necesario para la formación de material artificial, por ejemplo hilo.

1010 9ª.- Procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes en el que la acción del agente plastificante en general y el ácido sulfúrico concentrado en particular se detiene por lavado o enfriamiento tan pronto como o antes de que el material artificial, por ejemplo hilo, llegue al dispositivo colector.

1015 10ª.- Procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque el derivado halógeno empleado es una halohídrica.

1020 11ª.- Procedimiento esencialmente como se ha descrito en cualquiera de los anteriores ejemplos, caracterizado por su aplicación a la fabricación de hilos u otros productos.

1025 12ª.- Procedimiento según cualquiera de los procedimientos de fabricación reivindicados en cualquiera de los puntos precedentes, o por cualquier proceso que es un equivalente químico de cualquiera de dichos procesos de fabricación, caracterizado por permitir la obtención de materiales artificiales.

13ª.- Procedimiento para la fabricación de substancias artificiales.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de treinta y dos páginas foliadas y



escritas por una sola cara.

Madrid, 15 de marzo de 1930.

Leocadio López y López.-

P.P./

Handwritten signature of Leocadio López y López.