



productos artificiales presentan una composición elemental casi idéntica a la de las fibras textiles vetales y especialmente a la del algodón que está constituido por celulosa.

10

Por consiguiente y con pocas diferencias en su aspecto externo, las propiedades son también casi idénticas, es decir, las fibras textiles artificiales fabricadas actualmente son frías como el algodón, son inflamables, no son susceptibles de ser teñidas con los colorantes empleados para las fibras animales, como la lana y pelo en general, no contienen

15

nitrogeno, etc.

Por el contrario según esta invención se consigue:

20

1) Fabricar una nueva fibra textil artificial constituida exclusivamente por una substancia nitrogenada de origen animal con una composición elemental casi idéntica a la de la lana natural, como se verá mas adelante. Por consiguiente esta fibra textil artificial es caliente como la lana natural, no es inflamable, puede teñirse con los mismos colorantes que la lana natural, contiene aproximadamente el mismo tanto por ciento de nitrogeno, etc. Esta nueva fibra textil artificial puede calificarse justificadamente como lana sintética ya que se parece a la lana natural, igual que las fibras artificiales vegetales se parecen a las fibras textiles vegetales en general y especialmente al algodón.

25

30

2). La producción de una extensa serie de fibras textiles artificiales constituidas por una substancia nitrogenada de origen animal y por una substancia de naturaleza vegetal (no nitrogenada) intimamente combinadas entre si, presentando propiedades intermedias entre las del rayón (constituido por substancia vegetal unicamente) y las de dicha lana sintética que está constituida unicamente por substancia orgánica nitrogenada de origen animal.

35

40

3) La producción de fibras textiles artificiales como las descritas en 1 y 2, pero adicionadas de substancias minerales.

El procedimiento de fabricación se subdivide en las



fases esenciales siguientes:

Primera fase. Preparación de la materia constituida por substancia orgánica nitrogenada de origen animal.

45 La primera materia utilizada para producir la lana sintética está constituida por la caseina que se obtiene de la leche de vaca después de haberla desnatado para obtener la mantequilla.

50 En la tabla siguiente puede verse la composición elemental de la caseina comparada con la de la lana natural.

	Lana natural	Caseina.
	%	%
Carbono	49,25	53,--
Hidrogeno	7,57	7,--
55 Oxigeno	23,66	23,-
Nitrogeno	15,86	15,50
Azufre	3,66	0,70
Fosforo	<u>---,---</u>	<u>0,80</u>
TOTAL	100,--	100,--

60 De todos modos los diversos tipos de caseina actualmente producidos en las queserías de todo el mundo son poco apropiados para la producción regular de fibras textiles artificiales.

65 La caseina obtenida coagulando por cuajo la leche desnatada es utilizada para la fabricación de la galactita; esta caseina no es soluble en los alcalis y por consiguiente ni siquiera puede intentarse su utilización para la obtención de fibras textiles.

70 Las demás caseinas del comercio obtenidas por coagulación ácida de la leche desnatada (caseinas mas o menos desmineralizadas) son solubles en los alcalis y son apropiadas para la fabricación de colas viscosas para la obtención de maderas contrachapeadas, papel satinado, aprestos para tejidos, etc.

75 Centenares de ensayos han comprobado que estas caseinas pueden realmente ser transformadas en hilos o fibras por el procedimiento concebido por el inventor, pero en general son demasiado viscosas de modo que resulta difícil su hilatura uniforme. Por otra parte, los hilos obtenidos con estas caseinas a tra-



2

936



80 véis de un baño ácido de coagulación y con hileras de varios hilos son difícilmente aislables, a menudo se pegan entre si y en este caso después del secamiento se presentan en masas compactas duras y frágiles.

85 Estas dificultades se presentan tanto cuando se emplean caseinas lácticas, (es decir, obtenidas por fermentación ácida espontánea a temperaturas apropiadas de la leche desnatada) como cuando se emplean caseinas obtenidas por acidificación directa de la leche por medio de ácidos, por los métodos generalmente conocidos.

90 Era por consiguiente necesario encontrar un sistema para producir caseinas textiles, es decir, caseinas perfectamente apropiadas para la fabricación regular de fibras textiles artificiales.

95 En la obtención de la caseina láctica la coagulación se efectúa por medio del ácido láctico que se produce progresivamente por los fermentos lácticos contenidos en la leche; la coagulación de la caseina se produce en un lapso de tiempo que varía según la temperatura y la cantidad de fermentos presentes en la leche. Si se mantiene la temperatura entre 25 y 30° C. y la leche contiene una cantidad normal de fermentos lácticos, la coagulación se efectúa por lo general en 12 á 24 horas después de iniciada la fermentación.

100

Una vez terminada la coagulación, cesa espontáneamente la producción de ácido láctico puesto que este ha reducido progresivamente a la impotencia los fermentos lácticos que producen el ácido.

105 En este momento, la caseina se calienta en su suero sin que la temperatura pase de 65° C. a fin de impedir la coagulación de la albumina disuelta en el suero. A continuación se lava varias veces la caseina, se separa y se prensa para eliminar el líquido todo lo posible; finalmente se seca y se tritura.

110 Actualmente la caseina desmineralizada se prepara generalmente por el procedimiento indicado, es decir, por acidificación



20

expontánea de la leche desnatada (caseina láctica). En ciertos países sin embargo, a fin de reducir el tiempo necesario para la coagulación, se prepara la caseina añadiendo ácidos minerales u orgánicos a la leche desnatada, obteniéndose así una coagulación inmediata (caseina ácida). La cantidad de ácido añadida a la leche desnatada varía según el poder de neutralización del ácido empleado y según la temperatura de la leche desnatada en el momento de añadir el ácido. Cuanto mayor es la temperatura de la leche, menor será la cantidad de ácido necesaria para coagular la caseina; naturalmente si se utiliza un ácido mineral concentrado, por ejemplo ácido sulfúrico, la cantidad necesaria será mucho menor que si se emplea un ácido orgánico débil, como el acético o el láctico.

115

120

125

En otras palabras, en la fabricación de la caseina al ácido se tiende a realizar en pocos minutos los mismos fenómenos que se producen, durante aproximadamente un día, en la obtención de la caseina láctica por acidificación espontánea.

130

135

Ambos procedimientos realizan la coagulación de la caseina por agentes ácidos y por consiguiente la cantidad de ácido añadida a la leche desnatada o producida espontáneamente por fermentación ácida de la misma, es deliberadamente limitada a la cantidad estrictamente necesaria para obtener a una temperatura determinada la coagulación de la caseina, evitándose cuidadosamente todo exceso de ácido que produciría la "redisolución ácida de la caseina" afirmada por los técnicos en lechería y sus derivados.

140

145

La caseina ácida forzosamente queda durante largo tiempo en contacto con el ácido contenido en el suero, lo que favorece la desmineralización que se desea efectuar a fin de obtener una caseina que produzca buenas colas viscosas. Incluso en la preparación de la caseina al ácido, algunos fabricantes prolongan la duración del contacto entre la caseina y el ácido añadido a la leche desnatada, agitando, algunas veces energicamente, la caseina en el suero siempre exclusivamente con el fin de conseguir una mejor desmineralización; pero como es natural en este



20 caso se pierde una buena parte del tiempo que se habia ganado procediendo a la coagulación rápida por adición de un ácido.

Las caseinas ácida y láctica obtenidas tal como se ha dicho son suficientemente desmineralizadas y ordinariamente no
150 dejan mas de 2 á 3% de cenizas.

Para obtener una caseina pura, es decir casi completamente desprovista de cenizas, la caseina láctica o al ácido se redisuelve en un álcali y se precipita de nuevo por medio de un ácido. Esta operación puede repetirse dos o tres veces hasta
155 obtener una caseina pura. El precio de coste de esta caseina es tal elevado que no entra en consideración para la práctica industrial.

De todos modos, se ha tratado de comprobar si esta caseina pura era por lo menos apropiada para la fabricación de
160 fibras textiles artificiales, pero por numerosos ensayos efectuados se ha observado que presenta iguales inconvenientes que las demás caseinas del comercio indicadas.

Por el contrario, después de un gran número de ensayos se ha observado que para obtener una caseina o una serie de caseinas apropiadas para la obtención de fibras textiles artificiales es necesario introducir en la leche desnatada, una cantidad
165 de ácido en exceso sobre de la estrictamente necesaria para la coagulación de la caseina.

La coagulación ácida de la caseina debe efectuarse de modo que se produzca lo que precisamente los fabricantes de caseina comercial procuran evitar y que los técnicos han denominado
170 impropriamente "redisolución ácida de la caseina" cuya redisolución ácida de la caseina, observese bien, existe unicamente en apariencia como ha podido comprobarse por ecentenares de ensayos.
175

EJEMPLOS

1. Para coagular 100 litros de leche desnatada calentada a 40° C. son suficientes 110 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé. previamente mezclados con 990 cc. de agua, la acidez del suero en
180 el momento de la coagulación es igual aproximadamente a Ph 4,9-5



1936

- 7 -



La caseina así producida es poco desmineralizada y no se presta absolutamente para la fabricación regular y conveniente de fibras textiles.

185 2. Por el contrario, para coagular los mismos 100 litros de leche desnatada pero calentada a 20° C. son necesarios aproximadamente 160 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé adicionados de 1440 cc. de agua. La acidez del suero en el momento de la coagulación es de aproximadamente Ph 4,6-4,7. Este Ph es el Ph minimum, es decir, la acidez máxima empleada para la coagulación
190 de todas las caseinas lácticas o ácidas del comercio.

Esta caseina es mejor que la obtenida por el primer ejemplo, especialmente por lo que se refiere a la desmineralización, pero en la fabricación de fibras textiles artificiales esta caseina presenta también los mismos inconvenientes y dificultades que se encuentran en el empleo de la caseina láctica
195 o ácida del comercio.

Manteniendo inalterada la cantidad de ácido sulfúrico añadido, se han verificado numerosos ensayos introduciendo el ácido sulfúrico en la leche desnatada en proporciones variadas y a diversos intervalos de tiempo, así como dejando la caseina
200 coagulada en reposo en su suero. Se han hecho también ensayos calentando la caseina coagulada, en su suero, a todas las temperaturas comprendidas entre 20 y 69° C. y durante tiempos comprendidos entre 5 minutos y 96 horas, dejando madurar este tipo
205 de caseina prensada solamente o también al estado de una harina lavada o no y a temperaturas y tiempos los más variados, secándola rápidamente o lentamente variando las condiciones de temperatura y ventilación, obteniéndose en muchas ocasiones una pérdida considerable de las cualidades deseadas, pero en ningún
210 caso se han comprobado en las caseinas resultantes modificaciones substanciales capaces de eliminar los inconvenientes antes citados.

3. Por el contrario, si a los mismos 100 cc. de leche desnatada y a la misma temperatura de 20° C. indicada en el ejemplo 2, se añaden preferiblemente en dos veces 250 cc. de ácido
215



1936



sulfúrico a 66° Bé, adicionados previamente de 2250 cc. de agua, se obtiene una caseína perfectamente apta para ser transformada en fibras textiles artificiales, siendo la acidez del suero en el momento de la coagulación igual a Ph 2,9-3.

220 La cantidad de ácido empleada en este ejemplo, representa un exceso de 56% sobre la cantidad estrictamente necesaria como se ha indicado en el ejemplo 2.

225 La coagulación de la caseína es completa y en forma de pequeños copos cuando a los 100 litros de leche desnatada calentados a 20° C. se han añadido 160 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé. como se indica en el ejemplo 2. Continuando la adición de ácido hasta llegar a los 250 cc. como se indica en el ejemplo 3, se comprueba que la coagulación se redisuelve, pero solo en apariencia, por el ácido en exceso.

230 Todos los autores y técnicos en lechería y afines afirman esta redisolución de la caseína producida por el exceso de ácido introducido en la leche desnatada, pero el Autor de esta invención afirma que no se trata de una verdadera redisolución sino únicamente de una subdivisión muy fina de los copos de caseína coagulada.

235 La coagulación de la caseína permanece intacta incluso con un exceso de ácido y se produce únicamente una subdivisión muy fina de las partículas de caseína en el suero, las cosas no varían incluso si el exceso de ácido llega a la exageración, como el Autor ha comprobado introduciendo en la leche desnatada una cantidad de ácido varias veces superior a la que es suficiente para producir una coagulación normal de la caseína. Se produce únicamente una ilusión de redisolución, pero la caseína coagulada por ácido no se redisuelve en absoluto en un medio ácido
240 y por consiguiente puede ser separada de su suero sea cualquiera la cantidad de ácido empleado para su coagulación.
245

Queda comprobado en todos los casos que las caseínas especialmente apropiadas para la producción racional y regular de fibras textiles artificiales deben prepararse coagulando la



1936



250 leche desnatada con un exceso de ácido sobre la cantidad extric-
tamente suficiente para la coagulación a la temperatura de 20° C.
es decir, debe llegarse a un Ph inferior al empleado (Ph 4,7) para
la coagulación de la caseína ácida o láctica del comercio.

255 Como es natural, el tanto por ciento de ácido en exce-
so puede variar del 50% indicado en el ejemplo 3, según el resul-
tado que se quiere obtener.

260 Por ejemplo sin alterar los demás factores que intervie-
nen en el procedimiento y coagulando 100 litros de leche desnata-
da calentada a 20° C. con 250 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé. se
obtiene una caseína textil, es decir, capaz de producir fibras
textiles excelentes en cuanto a suavidad y resistencia. Reducien-
do progresivamente las cantidades de ácido empleadas para la coa-
gulación se aumenta la resistencia de las fibras, pero al mismo
265 tiempo se reduce su suavidad al tacto hasta exponerse al peligro
de obtener fibras pegadas entre si y frágiles (desprovistas de to-
do valor) cuando la cantidad de ácido sulfúrico a 66° Bé empleada
queda limitada a la cantidad extrictamente necesaria para produ-
cir la coagulación de la caseína, es decir a aproximadamente 160 cc
en vez de 250 cc. De una manera inversa, empleando cantidades ma-
270 yores de ácido se aumenta hasta cierto punto la suavidad de las fi-
bras pero a expensas de la resistencia de las mismas que queda dis-
minuida con relación a la mayor cantidad de ácido empleada.

275 Todos los ácidos minerales enérgicos (nitrico, clorhidri-
co, etc) pueden emplearse para coagular la caseína apropiada para la
obtención de fibras textiles, variando naturalmente su cantidad de
acuerdo con su concentración y su mayor o menor poder de neutraliza-
ción. Se comprende que siempre puede efectuarse la coagulación con
un exceso de ácido, tal como se ha dicho antes para el ácido sulfúrico,

280 Los ácidos orgánicos pueden servir también para este ob-
jeto pero no son tan apropiados y además el precio de coste de la
caseína sería mas elevado a consecuencia de la cantidad mayor de á-
cido necesaria y de su mayor precio.

Finalmente con el fin de adelantarnos a los que tratan
de alterar o modificar las patentes, es conveniente observar que
la coagulación de la caseína textil puede efectuarse con una mez-



36



285 cla de dos o mas ácidos minerales u orgánicos siempre que la mezcla presente un poder de neutralización que corresponda al de 250 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé o al de la cantidad mayor o menor de ácido sulfúrico que se desea emplear para obtener una mayor o menor resistencia y suavidad de las fibras tal como se ha dicho.

290 Por ejemplo y siempre para 100 litros de leche desnatada calentada a 20° C. pueden emplearse 125 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé y 260 cc. de ácido nítrico concentrado, obteniéndose un resultado aproximadamente igual al obtenido con 250 cc. de ácido sulfúrico, pero el gasto es varias veces mayor que cuando se emplea unicamente el ácido sulfúrico.

295 Por el mismo motivo antes indicado, diremos también que la caseína láctica o la caseína ácida del comercio pueden ser modificadas para hacerlas aptas para la fabricación de fibras textiles mediante un tratamiento suplementario con ácido, de modo que se compense la acidez insuficiente utilizada en el momento de la coagulación. Para la caseína láctica el suplemento de ácido (preferiblemente un ácido mineral) puede añadirse al suero una vez la coagulación de la caseína ha tenido lugar por la fermentación expon

300 tánea, antes o durante el calentamiento normal de la caseína en el suero y agitando energicamente para distribuir uniformemente el ácido añadido. Este suplemento de ácido puede añadirse también a la caseína después que esta ha sido separada del suero y preferiblemente después de haber sido reducida a la forma de harina. Como es natural, esto representa unicamente un recurso, ya que la

305 determinación de la acidez de cada lote de leche desnatada coagulada para determinar el suplemento de ácido necesario exigiria un trabajo considerable y delicado al cual no seria posible someterse si no fuera con la intención o esperanza de violar una patente. Para la caseína al ácido, el trabajo seria mas sencillo ya

310 que conociendo la cantidad de ácido empleada para la coagulación de la caseína normal al ácido es fácil calcular el suplemento de ácido necesario para transformarla en caseína textil.

315 Existen ciertas especies de fermentos que añadidos a la leche desnatada en condiciones de temperatura apropiadas



2 36



320 son capaces de producir una notable acidez que en algunos casos puede llegar al Ph necesario para obtener una caseina textil. Esta caseina no satisface siempre a las condiciones necesarias para su transformación en fibras textiles, ya que la acidez habiendo sido producida por la acción de microorganismos puede variar de un caso al otro, dentro de amplios límites, de modo que sería imposible conseguir en la fabricación una hilatura regular.

325 Se hace mención de esta posibilidad de añadir a la leche desnatada fermentos especiales capaces de producir una acidez acentuada, a fin de hacer resaltar el principio descubierto en esta invención, de que para obtener una caseina textil es necesario coagular la leche desnatada con un exceso de ácido comprendido entre los límites antes indicados.

330

El suero ácido resultante de un primer lote de leche desnatada puede servir para coagular un lote sucesivo después de añadirle la cantidad necesaria de ácido.

335

Después de la coagulación de la caseina esta se calienta en el líquido para facilitar la operación de separarla y prensarla.

Para esta operación pueden emplearse temperaturas muy distintas, pero es preciso evitar el calentamiento a más de 65-68° C. puesto que a 70° C. ya empieza a coagularse en el suero la lacto-albumina la cual al mezclarse con la caseina en cantidad notable estorbaría a las operaciones sucesivas de hilatura.

340

Es suficiente por ejemplo calentar gradualmente la caseina en el suero hasta 61° C. y verter inmediatamente el líquido para recoger la caseina. La permanencia de la caseina en el suero calentando a 61° C. puede prolongarse hasta 1/2 hora y más pero una permanencia más larga a la temperatura citada disminuye la resistencia de las fibras en el producto final.

345

350

Se ha observado que es preferible calentar la caseina durante 1 hora en el líquido a la temperatura de 45° C.

Variando la temperatura o la duración del calentamiento



1935



355 pueden efectuarse ligeras correcciones en el grado de viscosidad y densidad de las sucesivas soluciones coloidales de caseína, pero es preferible practicar estas pequeñas correcciones variando la temperatura durante la preparación y durante la maduración de la solución alcalina coloidal de caseína. Como es natural cuando se desea variar previamente la viscosidad y la densidad de la solución alcalina de caseína, es preferible reducir o aumentar el exceso de ácido durante la coagulación de la leche desnatada según el fin que se desea conseguir.

360 Después de la coagulación y calentamiento de la caseína tal como se ha dicho se extrae la caseína del líquido y se la prensa en seguida para reducir la cantidad de líquido que ha quedado en la caseína.

365 Las caseínas ácidas o lácticas del comercio se lavan generalmente una o varias veces antes de prensarlas, después de lo cual se secan para reducir a 10-12% la cantidad de humedad que es generalmente de 50-70% después del prensado.

370 Las caseínas textiles obtenidas por el procedimiento según esta invención retienen en el escurrido y prensado una cantidad de suero superior al de las caseínas normales del comercio en una proporción que depende del exceso mayor o menor de ácido empleado en la coagulación de la leche desnatada.

375 Para la fabricación de fibras textiles artificiales no es indispensable lavar la caseína precipitada para separar el suero que contiene ni tampoco es indispensable desecarla; una vez prensada y reducida a la forma de harina, puede ser directamente empleada para preparar las soluciones alcalinas coloidales. Naturalmente en este caso y como se dirá mas adelante, debe tenerse en cuenta el tanto por ciento de suero ácido que ha quedado en la caseína para calcular la cantidad adicional de alcalis necesarios para su neutralización; es preferible que después del prensado, la cantidad de suero no pase del 200% del peso seco de la caseína a fin de dejar un margen suficiente a los disolventes que deben emplearse para preparar la solución alcalina coloidal.

380

385



390

Se comprenderá que una vez establecido para una fabricación determinada el tanto por ciento de suero, debe mantenerse siempre igual a fin de conseguir un trabajo de fabricación regular.

395

Es preferible no hacer suurrir a la caseina fermentación alguna durante los trabajos sucesivos a la coagulación. Cuando la caseina no ha sido lavada y contiene todavía un tanto por ciento determinado de suero ácido, se conserva fácilmente durante algunos días a la temperatura del agua corriente, es decir, durante aproximadamente el tiempo necesario para su transporte en fábrica y sucesivo empleo para la preparación de la solución coloidal. Si esta misma caseina conteniendo suero ácido, se seca en secaderos apropiados y a temperaturas convenientes no existe peligro alguno de provocar fermentaciones.

400

Por el contrario, si por un motivo cualquiera se lava la caseina, es necesario adicionarla de un antiséptico o desinfectante a fin de impedir las fermentaciones fáciles de producirse, especialmente al principiar la desecación y durante los meses de verano.

405

Durante o después de la coagulación puede siempre añadirse un antiséptico.

410

A continuación describiremos un ejemplo de fabricación de caseina apropiada para la producción de fibras textiles.

415

I. Una cantidad determinada de leche desnatada se introduce en un recipiente apropiado provisto de agitador, doble fondo y dobles paredes para la circulación del agua que sirve para regular la temperatura durante las operaciones de coagulación.

La leche desnatada se calienta a 20° C.

420

Aparte se prepara una solución de 250 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé, preferiblemente diluido en 9 veces su volumen de agua, por cada 100 litros, de leche desnatada. Se calienta también la solución ácida a 20° C. comprendiéndose que la cantidad de agua añadida al ácido no es taxativa sino que puede variar dentro de amplios límites.



1936



425 Se pone en marcha el agitador para mantener la leche desnatada en movimiento y facilitar una distribución uniforme y racional de la solución ácida en la leche desnatada.

430 Se introduce luego en la leche desnatada una mitad de la cantidad indicada de ácido, preferiblemente por medio de varios tubos uniformemente distribuidos por la masa de la leche desnatada y se continua agitando la masa líquida.

Al cabo de una 1/2 hora de estar en contacto la leche desnatada con la primera mitad del ácido se añade (siempre en la misma forma) el resto del ácido preparado.

435 Terminada la adición de ácido puede empezar inmediatamente el calentamiento a la temperatura deseada, preferiblemente manteniendo al agitador en marcha a fin de mantener la caseína mezclada con el suero; como ya se ha dicho; puede esperarse también un cierto tiempo, antes de empezar a calentar la masa después de la coagulación.

440 Terminado el calentamiento se separa la caseína por medios apropiados y se prensa para reducir su contenido en humedad y se reduce en seguida a la forma de harina para facilitar su disolución coloidal.

445 La caseína producida en la forma indicada puede dar fibras textiles dotadas de una resistencia y de una suavidad al tacto excelentes.

450 Cuando por un motivo cualquiera se desean obtener fibras con mayor resistencia y menor suavidad se reduce la cantidad de ácido sulfúrico hasta un límite mínimo de aproximadamente 170 cc. por cada 100 litros de leche desnatada obteniéndose así fibras progresivamente mas resistentes y menos suaves, según la cantidad de ácido empleada.

455 Sin embargo con el límite mínimo indicado se corre ya el peligro de producir un trabajo irregular y de comprometer sobre todo la calidad del producto final.

Inversamente, se emplea una mayor cantidad de ácido cuando se quiere aumentar la suavidad al tacto, en perjuicio de



36



todos modos, de la resistencia.

460 La temperatura para la coagulación puede ser también inferior o ligeramente superior a la de 20° C. indicada en el ejemplo.

Segunda fase:

Disolución coloidal, dilución y maduración de la caseína

465 Todas las caseínas ácidas o lácticas, incluso la caseína textil estudiada especialmente por el autor y mientras estén suficientemente desmineralizadas son solubles en todos los álcalis produciendo con ellos soluciones coloidales mas o menos viscosas.

370 Para obtener soluciones coloidales de caseína que puedan hilarse, unicamente son apropiados los hidratos potásico y sódico. Los demás agentes alcalinos aún combinados entre si en las mas diversas proporciones dan soluciones coloidales de caseína que no pueden hilarse. Este hecho conocido después de un gran número de ensayos se presenta no solo con la caseína estudiada en esta patente sinó con todas las caseínas ácidas o lácticas del comercio.

475 En la práctica es preferible usar como agente alcalino el hidrato sódico, unicamente por que siendo mas barato que el hidrato potásico produce resultados exactamente iguales. Sin embargo, con el fin de adelantarse a todo intento de desfigurar la patente, el autor hace constar que es posible utilizar una

480 mezcla de hidrato sódico e hidrato potásico en las mas diversas proporciones, pero en este caso la unica diferencia está constituida por el mayor gasto en proporción a la cantidad de hidrato potásico empleada en lugar del hidrato sódico.

485 Pueden emplearse también pequeñas cantidades de otros agentes alcalinos añadidos directamente a las soluciones acuosas de hidrato sódico o potásico o eventualmente a sus mezclas o añadidos a la solución coloidal de caseína preparada con hidratos sódico o potásico, o eventualmente con sus mezclas, a fin de modificar ligeramente las propiedades de la solución coloidal de

490 caseína, pero es necesario matener estas adiciones dentro de reducidos límites ya que de lo contrario la solución de caseína



2 200936

- 16 -

495 pierde su capacidad para ser hilada. En otros términos es necesario que el agente alcalino utilizado para la disolución coloidal de la caseina esté constituido de una manera preponderante por hidratos sódico o potásico y esta preponderancia esté calculada no según el volumen de la solución disolvente empleada, sino según su poder de neutralización.

500 La cantidad de hidrato sódico que debe emplearse de preferencia para obtener una solución coloidal de caseina conveniente para la fabricación de fibras textiles ha sido establecida a base de la temperatura de 24° C. adoptada para la disolución de la caseina y para la maduración sucesiva; por otra
505 parte la cantidad de hidrato sódico puede reducirse ligeramente si la temperatura empleada es mayor que la indicada mientras que puede aumentarse ligeramente si la temperatura es menor. De todos modos no existe una verdadera proporción inversa entre la cantidad de alcali empleada y la temperatura adoptada ya que la
510 primera actúa principalmente para la solubilización de la caseina y la segunda actúa principalmente sobre la viscosidad, sobre la densidad, sobre el volumen y sobre la duración necesaria para la maduración de la solución coloidal.

515 Manteniéndose constante la cantidad de hidrato sódico, a una temperatura mas elevada corresponde un mayor volumen, mayor densidad y menor viscosidad de la solución coloidal, asi como una maduración mas rápida.

520 Sin embargo no es conveniente separarse mucho de la temperatura de 24° C. que podria llamarse temperatura central. Por ejemplo, al pasar progresivamente de la temperatura de 35° C. la densidad se hace progresivamente excesiva con relación a la viscosidad necesaria para la hilatura y sobre todo existe el peligro de comprometer seriamente la calidad del producto final. Por el contrario, por debajo de 14° C. se retrasa excesiva e inutilmente la maduración y por otra parte es difícil, por no decir imposible,
525 obtener el volumen deseado de la solución coloidal.

Realmente es posible aumentar la densidad de la solución



coloidal de caseina sin alterar su capacidad de hilatura, o mejorándola en ciertos casos, incluso utilizando agentes de disolución especiales que se indicarán mas adelante, pero estos agentes influyen siempre en igual medida sobre la densidad y sobre el volumen de las soluciones coloidales, sea cualquiera la temperatura de preparación y de maduración; por consiguiente las diferencias de densidad y de volumen de las soluciones coloidales de caseinas textiles obtenidas con las diversas temperaturas quedan casi invariables.

Ejemplos de disoluciones coloidales de caseina textil.

1.- Empleando caseina seca no lavada, después de la coagulación.

Una cantidad determinada de caseina seca y pulverizada se introduce en un recipiente apropiado provisto de agitador y de doble fondo para la circulación del agua necesaria para regular la temperatura durante las operaciones de disolución, dilución y maduración de la solución coloidal de caseina.

Por cada 100 kg. de caseina seca con un contenido normal de 10% de humedad, se añaden al recipiente 200 litros de agua calentada previamente a la temperatura de 24° C. y se trabaja de modo que el agua se distribuya uniformemente por toda la caseina introducida previamente en el recipiente; es posible también poner primeramente el agua y añadir luego la caseina.

Al cabo de dos o tres horas de contacto se introduce en el recipiente una solución que contiene 23 litros de hidrato sódico a 35° Bé y 77 litros de agua previamente calentada a 24° C. por cada 100 kg. de caseina seca como se ha dicho, agitando energicamente la masa para incorporar rápida y uniformemente la solución de hidrato sódico con la caseina. Cuando la mezcla es uniforme la agitación puede ser mas lenta e incluso a intervalos, siendo preferible mantener constante la temperatura de 24° C. Se comprenderá que en lugar de hidrato sódico a 35° Bé puede emplearse la cantidad correspondiente de hidrato sódico seco previamente disuelto en agua. En igual



2036



565 forma puede emplearse hidrato potásico, teniendo presente que manteniendo la misma temperatura de 24° C. la cantidad debe corresponder a la alcalinidad o poder de neutralización de los 23 litros de hidrato sódico 35° Bé para cada 100 kilos de caseína con 10% de humedad. Si la cantidad de humedad de la caseína empleada es mayor o menor, deberán variarse correspondientemente las cantidades de álcali y de agua añadidas a la caseína.

570 Cuando la caseína está disuelta y la masa se ha vuelto progresivamente mas densa y mas viscosa, lo que tiene lugar en el espacio de pocas horas, según el tipo de caseína utilizada, es decir, según que la caseína haya sido coagulada con mayor o menor cantidad de ácido y manteniendo la temperatura a 24° C.

575 se procede a una dilución lenta y gradual, de manera que se compense la densidad creciente de la solución coloidal durante su maduración.

580 La adición de agentes diluyentes efectuada preferiblemente a la temperatura de 24° C. se verifica por pequeñas porciones a fin de evitar una dilución momentánea excesiva que retrasaría el desarrollo regular y gradual de la densidad necesaria para permitir las adiciones de agentes diluyentes hasta que se consiga el volumen deseado de solución coloidal y sin que esta pierda su capacidad para ser hilada.

585 Cuando la solución coloidal ha alcanzado el volumen y densidad deseadas, puede detenerse el aumento de densidad disminuyendo ligeramente la temperatura de la solución, la cual queda así estabilizada durante un cierto tiempo a fin de que pueda llegar a la hilatura con las propiedades y características determinadas de antemano. Esto es de la máxima importancia

590 para conseguir un trabajo regular en fábrica que de otro modo sería muy difícil de realizar.

595 Con relación a lo dicho anteriormente, el tiempo necesario para la disolución, la maduración y aumento de volumen de la solución coloidal de caseína, puede variar dentro de límites bastante amplios, ya que el tiempo depende no solo del



20
600 volumen y de la densidad que se desea obtener sinó también del tipo de las caseinas empleadas, del tipo de los agentes diluyentes y de la temperatura empleada durante la disolución alcalina de la caseina y durante su maduración ulterior.

605 Una caseina obtenida con 250 cc. de ácido sulfúrico a 60º Bé por cada 100 litros de leche desnatada y fabricada por los métodos descritos, disuelta en la forma indicada y a una temperatura de 24º C. diluida con agua potable, requiere por regla general 48 horas de maduración para alcanzar una densidad y una viscosidad convenientes para su hilatura y un volumen de 550 a 600 litros, por cada 100 kg. de caseina seca empleada. Si, sin modificar los demás factores, se desea un volumen menor puede reducirse ligeramente la duración de la maduración mientras que si se desea obtener mayor volumen puede prolongarse la maduración, pero únicamente hasta cierto límite, ya que por ejemplo después de 96 horas, existe el peligro de comprometer la calidad de las fibras obtenidas.

615 Tanto la cantidad como, en cierto modo, el tipo de ácido empleado para la coagulación de la caseina, ejercen un papel importante sobre la viscosidad, la densidad y el volumen de la solución alcalina de caseina. Cuanto mayor es la cantidad de ácido empleada para la coagulación de la caseina, tanto menores y menos rápidas serán la viscosidad, la densidad y el volumen que pueda conseguirse en la solución coloidal alcalina sucesiva. Inversamente, a una cantidad progresivamente menor de ácido, corresponden de un modo gradualmente mas rápido mayor viscosidad, densidad y volumen de la solución. Si se exagera en un sentido o en otro se obtienen soluciones que difícilmente pueden hilarse aparte de la calidad inferior de las fibras obtenidas.

620
625
630 Por consiguiente, cuando se utilizan caseinas dotadas de las diversas propiedades antes indicadas, es preferible (y en los casos extremos citados, indispensable) modificar también el volumen inicial de la caseina. En el ejemplo indicado, el volumen inicial después de la adición de la solución de hidrato



635 sódico es de 400 litros por cada 100 kg. de caseina empleada. Este volumen puede aumentar o disminuir ligeramente pero dentro de límites reducidos ya que por una parte, aumentando el volumen mediante una mayor adición de agua (quedando invariables los demás factores) se retrasa la disolución completa de la caseina y el desarrollo de la viscosidad y de la densidad necesarias para proceder a las adiciones sucesivas de diluyente y si se exagera en el volumen inicial puede llegarse a comprometer irremparablemente el desarrollo regular del proceso; por otra parte la reducción del volumen inicial hace mas difícil (e incluso imposible si se exagera) una incorporación regular del alcali en la caseina y por consiguiente una solución perfecta.

645 El volumen establecido por el Autor de esta invención es racional para el tipo de caseina indicado; para las caseinas coaguladas con una mayor cantidad de ácido es preferible disminuir ligeramente el volumen de la solución inicial e inversamente es preferible aumentarlo para las caseinas coaguladas con menor cantidad de ácido.

650 La caseina lavada antes de secarla se disuelve en igual forma que la caseina no lavada, disminuyendo unicamente la cantidad de alcali empleada dada la menor acidez residual de la caseina a causa del lavado efectuado.

655 2.- La disolución de la caseina no secada, es decir conteniendo todavía un determinado tanto por ciento de suero ácido se efectúa de acuerdo con las modificaciones siguientes:

660 La caseina coagulada y calentada en su suero como se ha dicho antes, se escurre y prensa previamente de modo que se reduzca su contenido en suero pero preferiblemente no a menos de 200% del peso seco de la caseina, y también ello con el fin de facilitar la operación sucesiva de trituración de la caseina prensada.

Se coloca la caseina en el recipiente indicado, sin añadir agua, la que se substituye en este caso por el suero remanente en la caseina, a continuación se añade la solución de hi-



665 drato sódico a 35^o Bé adicionado preferiblemente de la cantidad de agua necesaria para alcanzar el volumen de 400 litros indicado en el ejemplo anterior, por cada 100 kg. de caseína, siempre calculada por el peso en seco y comprendiendo la humedad normal de 10%. Por lo demás se trabaja en la forma indicada en el ejemplo 1.

670 Los diluyentes que pueden emplearse para diluir la solución coloidal de caseína durante su maduración son muy numerosos. El agua representa como es lógico el diluyente mas económico y puede utilizarse en su estado natural si es potable, de lo contrario debe purificarse o corregirse. El agua destilada no

675 presenta ventajas especiales que compensen su coste. Puede emplearse también el mismo suero que ha quedado como residuo de la coagulación y separación de la caseína, debidamente neutralizado, obteniéndose en este caso una densidad y un volumen de la solución coloidal ligeramente superiores a los obtenidos empleando el

680 agua como diluyente.

El agua y el suero utilizados como diluyentes pueden alcalinizarse muy ligeramente, siempre que se tenga en cuenta para disminuir previamente una cantidad correspondiente de álcali de la solución alcalina de hidrato sódico preparada para disolver la caseína.

685 Si como diluyente se utiliza el suero ácido sin neutralizarlo o neutralizándolo solo en parte, así como si se utiliza agua ligeramente acidulada, se perjudica la capacidad de hilatura de la fibra, pero se aumenta ligeramente la coagulabilidad de la solución coloidal de caseína.

690 Como diluyentes pueden emplearse también soluciones neutras o ligeramente alcalinas o ácidas (según los resultados conseguidos) preparadas con sales alcalinas combinadas con ácidos por ejemplo el lactado sódico, el formiato sódico etc.

695 Las soluciones que contienen cantidades muy pequeñas de ciertos sulfatos o de bisulfito sódico y análogos empleadas como diluyentes aumentan la densidad y por tanto el volumen de la solución coloidal de caseína y pueden emplearse por tanto



36



700

cuando se desea obtener este resultado. De una manera análoga, actúan las soluciones de jabón que pueden emplearse de preferencia cuando se quiere obtener una mayor densidad y al mismo tiempo introducir una grasa saponificada en la solución de caseína.

705

Algunas veces es conveniente introducir en las soluciones coloidales de caseína aceleradores de la coagulación a fin de conseguir una coagulación mas rápida de los hilos y mas perfecta sin modificar el baño ácido de coagulación.

710

Algunos de los diluyentes indicados son apropiados también para aumentar fácilmente la coagulabilidad de las soluciones coloidales de caseína. Sin embargo, cuando se quiere obtener una coagulación mas rápida y mas energética de los hilos, es preferible introducir en las soluciones coloidales de caseína, sulfuro de carbono, empleando los medios y momentos mas oportunos para ello.

715

Puede tratarse, por ejemplo, jabón con sulfuro de carbono en presencia de hidrato sódico y un poco de agua, calentando ligeramente; Una vez terminada la reacción se añade agua a fin de alcanzar el volumen de solución jabonosa deseado que habrá tomado una coloración anaranjada si la reacción se ha efectuado de una manera normal.

720

Según los efectos que se trate de obtener, se añade una cantidad determinada de esta solución jabonosa a la solución coloidal de caseína y de preferencia algunas horas antes de proceder a su hilatura.

725

De esta manera se obtienen tres efectos simultáneamente, es decir: se obtiene un mayor volumen de la solución coloidal de caseína sin disminuir su densidad, se acelera la coagulabilidad a pesar de la acción retardadora del jabón y se comunica a las fibras textiles una mayor suavidad en el tacto (pueden emplearse también otras sustancias como la glicerina, etc. tratadas siempre por sulfuro de carbono).

730

Si por el contrario no se desea introducir grasa saponificada en la solución coloidal de caseína, puede tratarse por



1936



735

sulfuro de carbono una solución de hidrato sódico y emplear luego esta solución en substitución de las soluciones indicadas debiéndose tener en cuenta la cantidad de hidrato sódico que se desea emplear para deducirla de la cantidad de álcali que se emplea en la disolución previa de la caseina.

740

Puede también introducirse el sulfuro de carbono, preferiblemente en forma de vapor, directamente a la solución coloidal de caseina o en cualquier otra forma apropiada para el fin que se persigue.

745

Por ejemplo, a la solución coloidal de caseina puede añadirse un tanto por ciento determinado de solución coloidal de viscosa, normalmente utilizada para la obtención del rayón, según el procedimiento al álcali de celulosa y al sulfuro de carbono, preferiblemente algunos horas antes de la operación de hilatura. Sin embargo en este caso, las fibras textiles resultantes no están constituidas por substancia orgánica de origen animal puramente a causa del determinado tanto por ciento de celulosa añadido a la solución de caseina. Como consecuencia de ello se ha disminuido también el tanto por ciento de nitrógeno y las propiedades del producto final resultan modificadas de modo que éste no puede ya calificarse como lana sintética.

750

755

Por el hecho de que variando las proporciones de celulosa introducida bajo la forma de solución de viscosa en la solución de caseina, se obtenga una serie importante de tipos especiales de fibras textiles artificiales, dotadas de propiedades intermedias entre el rayón constituido por celulosa únicamente y la lana sintética, constituida por caseina únicamente, pueden definirse estos productos en la forma siguiente:

760

765

a) "Lana sérica sintética" o "Serinlana" cuando el tanto por ciento de caseina es superior al tanto por ciento de la celulosa empleada, ya que las fibras textiles así obtenidas contienen nitrógeno en cantidad superior a 7% y el poder térmico de estas fibras se aproxima más al de la lana y de la seda naturales.



6



770 b) "Rayón lana" o "Algodón lana" cuando el porcentaje de caseina es inferior al de la celulosa empleada, ya que las fibras textiles así obtenidas contienen nitrógeno en cantidad inferior a 7% y el poder térmico de estas fibras desciende gradualmente hacia el frío de las fibras textiles vegetales.

775 Se ha comprobado un hecho importante, a saber que para la producción de fibras textiles mixtas de caseina y de celulosa pueden emplearse, si bien las dificultades sean mayores, caseinas lácticas o ácidas coaguladas sin exceso de ácido. Esto es debido a que por la adición de una solución de viscosa celulósica a la solución de caseina, se modifican las propiedades de esta última. En efecto las soluciones alcalinas de las caseinas son tanto más adecuadas cuanto el tanto por ciento de viscosa celulósica añadido es más elevado.

780 Finalmente, puede obtenerse una lana sintética mineralizada añadiendo a las soluciones alcalinas de caseina soluciones de silicatos alcalinos, preferiblemente silicatos sódicos y potásicos o bien soluciones neutras o alcalinas de metales solubles.

785 Todas las soluciones coloidales de caseina sola o las soluciones mixtas con otras sustancias, como se ha descrito antes, deben filtrarse por medios convenientes una o varias veces antes de pasar a la hilatura.

Tercera fase.

790 Coagulación de la solución coloidal alcalina de caseina sola y de las soluciones combinadas de caseina y de viscosa con o sin adición de sustancias minerales solubles y coagulación respectiva de los hilos en formación.

795 Para la hilatura de la solución coloidal de caseina solamente, pueden utilizarse iguales máquinas e iguales aparatos que los que se emplean para la producción del rayón por el procedimiento a la viscosa (soluciones acuosas sódicas de álcali-celulosa tratada con sulfuro de carbono) salvo las pequeñas modificaciones eventuales en los recipientes de los baños de coagula-

800



36



ción en el tubo porta-hilera etc., por el contrario no es necesaria modificación alguna para hilar las soluciones mixtas de caseina y de viscosa, cuando esta se encuentra en las soluciones en proporción superior a 35%.

805

La velocidad de hilatura, es decir la velocidad con la cual los hilos salen de las hileras sumergidas en el baño ácido de coagulación, puede variar (según el grado de viscosidad de la solución coloidal de caseina) entre 80 y 120 metros por minuto, lo que representa una velocidad casi doble de la velocidad normalmente empleada en la fabricación del rayón por el procedimiento a la viscosa. De ello deriva una primera necesidad natural de prolongar el recorrido de inmersión de los hilos (con relación a los de rayón) al salir de la hilera en el baño de coagulación.

810

Además los hilos resultantes de las soluciones de caseina se coagulan mas lentamente y con menor facilidad que los hilos de rayón obtenidos de la viscosa y por este motivo el baño de coagulación debe ser mas energico, es decir este baño debe presentar una concentración casi doble de la empleada para el baño de coagulación de los hilos de viscosa. La temperatura también debe ser mas elevada y puede calcularse entre 48 y 58° C. pero de ordinario se trabaja a 52-53° C.

815

820

Es preferible adoptar una acidez menor y eventualmente una menor temperatura del baño aumentando el recorrido y por consiguiente la duración de inmersión de los hilos en el baño ácido de coagulación. Por ejemplo, cuando en lugar de hilar sobre bobina se desea producir lana sintética en rama, es posible prolongar en gran manera el recorrido de los hilos en el baño ácido y realizar así un trabajo mas seguro y mas tranquilo eliminando o reduciendo al minimum los desperdicios en el producto final.

825

830

Cuando se hila a gran velocidad y directamente sobre bobinas, es util y algunas veces necesario hacer que los hilos inmediatamente al salir del baño de coagulación rocen contra una varilla de vidrio u otro material conveniente a fin de eliminar una parte del baño de coagulación absorbido por los hilos.

835



2

36



Los baños de coagulación pueden ser de la composición siguiente:

840 1). Una solución acuosa de ácido sulfúrico y sulfato
sódico que contengan por cada litro de baño 140 cc. de ácido
sulfúrico a 66° Bé y 400 gr. de sulfato sódico. A esta solu-
ción pueden añadirse sales de aluminio, preferiblemente sulfato
de aluminio o alumbre potásico. Puede ser útil añadir cantidad,
incluso pequeñas de sales de estaño (por ejemplo acetato de es-
taño).

845

o bien:

850 2). Una solución acuosa de ácido sulfúrico, sulfato
de aluminio (o alumbre potásico) y cloruro sódico conteniendo
por cada litro de baño 150 cc. de ácido sulfúrico a 66° Bé.
150-200 gr. de sulfato de aluminio y 75 gr. de cloruro sódico.
La cantidad y la proporción de sulfato de aluminio y de cloruro
sódico pueden variar según los efectos que se desean obtener,
recordando que la función de las sales de aluminio es de en-
durecer rápidamente los hilos una vez están coagulados y que
855 la presencia de cloruro sódico en la solución facilita la ac-
ción insolubilizante de las sales de aluminio. Al preparar
esta solución debe procurarse que no se caliente excesivamente
a fin de evitar que una parte del ácido sulfúrico se transforme
en ácido clorhídrico. A esta solución pueden añadirse también
860 pequeñas cantidades de otras sales.

Cuando la solución coloidal de caseína contiene sulfuro
de carbono, es preferible emplear como coagulante el primer ba-
ño indicado.

865 Para las soluciones mixtas de caseína y viscosa es tam-
bién preferible el primer baño y puede reducirse progresivamente
la cantidad de ácido sulfúrico hasta 55% de la cantidad indica-
da anteriormente, según el mayor o menor tanto por ciento de
viscosa añadido a la solución de caseína. Cuanto mas elevada es
la cantidad de viscosa menor debe ser la cantidad de ácido con-
tenida en el baño de coagulación. También puede disminuirse un
870 poco la temperatura del baño.



6

Cuarta fase.Tratamientos para la insolubilización de los hilos o fibras obtenidos y su desacidificación.

875 Los hilos o fibras obtenidos, presentan en el momento de la coagulación una reacción fuertemente ácida, siendo necesario por tanto eliminar la acidez de los mismos que por otra parte deterioraría los hilos una vez secos. Para conseguirlo es necesario lavarlos en agua corriente; si se trata de producto en rama son suficientes pocas horas, mientras que para los hilos en bobinas precisan de 16 á 24 horas. Esto por lo que se refiere a las fibras de caseína sola; para las fibras de caseína y celulosa el lavado debe prolongarse durante varios días cuando los hilos están arrollados sobre bobinas.

880 Sin embargo no puede procederse al lavado inmediatamente después de la coagulación de los hilos ya que los hilos constituidos únicamente por caseína se disolverían y los hilos mixtos de caseína y celulosa quedarían seriamente alterados; es necesario someter previamente a los hilos a un procedimiento para insolubilizarlos.

885 Para ello se emplean soluciones acuosas de formaldehído, adicionadas preferiblemente de cloruro sódico para regular e incluso evitar el hinchamiento de las fibras en las primeras fases de la operación.

890 Una solución de cloruro sódico a menos de 10% ejerce sobre las fibras de caseína una acción de hinchamiento mientras que una solución a más de 10% ejerce una acción astringente. Por consiguiente es muy conveniente regular el tratamiento de las fibras en el baño de insolubilización, empleando cantidades convenientes de cloruro sódico, que favorece al mismo tiempo la acción insolubilizadora de las sales de aluminio cuando se desea emplearlas en combinación con el aldehído fórmico.

905 Puede operarse con una solución de concentración única, por ejemplo con 90 partes de una solución acuosa al 12% de cloruro sódico y 10 partes de aldehído fórmico a 40%, adicionada o



o no de sales de aluminio. Es siempre preferible e incluso de gran importancia trabajar con soluciones de concentraciones crecientes empezando el tratamiento de los hilos con concentraciones bajas, por ejemplo con 99 partes de solución acuosa de cloruro de sodio y 1 parte de aldehído fórmico a 40% para llegar progresivamente a concentraciones mas elevadas. De la misma manera se procede para la adición eventual de sales de aluminio, mientras que para el cloruro sódico es preferible no descender a una concentración inferior a 10% para evitar un hinchamiento excesivo y perjudicial de las fibras.

Las soluciones insolubilizantes preparadas en la forma antes dicha, pueden acidularse ligeramente y de preferencia por medio de ácido sulfúrico; por otra parte las immersiones continuas de las fibras ácidas de la solución insolubilizante aumentan de una manera continua la acidez de esta última de modo que una vez establecida la acidez deseada, es necesario neutralizar el exceso de acidez del baño por medio de un álcali.

Cuando la hilatura de las soluciones coloidales de caseína o de caseína y celulosa no se efectúa directamente sobre bobinas o en una centrífuga, como es el caso por ejemplo en la obtención de material en rama, es conveniente hacer caer las fibras libres a su salida del baño de coagulación en una solución acuosa con mas de 10% de cloruro sódico; si a esta solución se añaden pequeñas cantidades de ácido y de sales de aluminio, incluso sin añadir formaldehído, las fibras se encuentran inmediatamente en un excelente baño de preparación insolubilizante y se separan mejor unas de otras que si se recogen en un recipiente vacío y se dejan en él durante un cierto tiempo antes de pasarlas a los baños insolubilizantes.

Las fibras constituidas por caseína unicamente, cuando no se mantienen en tensión sobre bobinas, se encogen mucho en los baños insolubilizantes, especialmente si después de la coagulación se sumergen en un baño insolubilizante muy concentrado. Esto es lo que sucede con las fibras libres o en rama, las cua-



20

940 les adquieren un excelente rizado cuando no están sometidas a tensión, aún cuando pierden ligeramente en la finura o título que presentaban en el momento de la hilatura. Ya al sumergir estas fibras libres en un primer baño insolubilizante de pequeña concentración, se reduce en buena parte el encogimiento de las fibras

945 pero si quiere eliminarse casi por completo esta acción es preciso evitar el cortar los hilos inmediatamente después de la coagulación, arrollando la masa de hilos sobre aspas con envolvente que se sumergen inmediatamente en un baño insolubilizante de débil concentración pasandolas luego a otros baños de concentraciones

950 crecientes hasta llegar a los baños de concentración media. Después de ello pueden cortarse los hilos a la longitud deseada, pasándolos en estado libre a los baños de insolubilización sucesivos, obteniéndose así fibras poco encogidas y a pesar de ello rizadas.

955 Una vez los hilos han sido insolubilizados se lavan en agua corriente hasta desacidarlos por completo.

Después del lavado es preferible tratar los hilos una vez mas en un baño insolubilizante neutro.

Quinta fase.

960 Tratamientos eventuales para aumentar la suavidad al tacto.

965 Las fibras textiles obtenidas como se ha dicho son ya excelentes bajo todo punto de vista, aún cuando es preferible someterlas a un tratamiento en un baño suavizador a temperaturas convenientes.

970 Para este objeto se utilizan soluciones acuosas de aceites sulfonados con o sin adición de jabones, aceites minerales emulsionantes, glicerina etc., según los procedimientos ya conocidos. Según el efecto que se desea obtener, puede variar el tanto por ciento de aceites o grasas empleado.

Es preferible someter las fibras a la acción del baño suavizante antes de secarlas y como es natural después de su per-



36



975fecta desacidificación; la temperatura del baño puede estar comprendida entre 45 y 60° C. Como es natural es innecesario practicar este tratamiento cuando los productos suavizantes han sido ya previamente añadidos a la solución coloidal antes de proceder a su hilatura.

Esta invención además del procedimiento y las variantes del mismo, comprende también los productos que pueden obtenerse.

980 En la práctica, los detalles de ejecución podrán sufrir diversas variaciones apropiadas sin apartarse del alcance de esta invención.

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

985 1) Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales, partiendo como materia prima, de la caseina obtenida de la leche, tratada de manera apropiada para obtener la calidad deseada.

990 2) Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales en el cual como materias primas se emplean la celulosa y la caseina obtenida de la leche incorporadas íntimamente entre sí.

995 3) Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales en el cual como materia prima se emplea la caseina la cual después de obtenida por coagulación de la leche, se trata con un exceso de ácido que se añade antes, durante o después de la coagulación citada.

1000 4) Procedimiento según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, en el cual la caseina se obtiene de la leche desnatada mediante el empleo de un exceso de ácido sobre la cantidad estrictamente necesaria para conseguir la citada coagulación, es decir, a un pH inferior al punto isoeléctrico de la caseina.

1005 5) Procedimiento según la reivindicación 4, en el cual para la coagulación de la caseina se emplea una cantidad de ácido sulfúrico a 66° Bé, variable entre 160 y 250 cc. por cada 100 litros de leche desnatada o una cantidad equivalente



1936

- 31 -



de dos o mas ácidos, que se añaden preferiblemente en dos veces.

1010

6) Procedimiento según la reivindicación 5 en el cual la leche desnatada se coagula a una temperatura de unos 20° C.

1015

7) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual la caseina obtenida de la leche por coagulación ácida a un pH superior a 4,6 se somete a un tratamiento ácido ulterior a fin de poner dicha caseina en condiciones apropiadas para la fabricación de fibras textiles artificiales.

1020

8) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual a la o las materias primas se añaden materias minerales, a fin de obtener fibras textiles artificiales mineralizadas.

1025

9) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores que comprende el tratamiento de la caseina durante o después de la coagulación, con agentes antisépticos o esterilizantes a fin de impedir la fermentación antes o durante la desecación de dicha caseina.

1030

10) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, que comprende la disolución coloidal de la caseina mediante hidrato sódico o hidrato potásico, ya por separado ya mezclados y con adición eventual de otros agentes alcalinos.

1035

11) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual se emplean 23 litros de hidrato sódico a 35° Bé (o hidrato potásico en la cantidad necesaria para obtener un poder neutralizante alcalino correspondiente) como disolvente de 100 kg. de caseina seca no lavada, conteniendo una cantidad normal de humedad, con una tolerancia (sobre la cantidad de hidrato sódico empleada) de 20% en mas o en menos de la cantidad indicada

1040

12) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores que comprende la preparación de soluciones alcalinas de caseina láctica o ácido (coagulada) no lavada, prensada y pulverizada pero no secada, es decir, conteniendo un tanto por ciento de humedad superior al tanto por ciento normal en la caseina



36



seca.

1045 13) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual el volumen inicial de las soluciones alcalinas de caseína se limita a unos 400 litros por cada 100 kg. de caseína seca disuelta, con una tolerancia de 20% en mas o en menos del límite indicado.

1050 14) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual la dilución y la maduración sucesiva de la solución alcalina coloidal, se efectúan a una temperatura comprendida entre 13 y 34° C. y preferiblemente a 24° C.

1055 15) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual la temperatura de la solución coloidal de caseína se hace descender después de su maduración a fin de estabilizar temporalmente la viscosidad y volumen de dicha solución coloidal.

1060 16) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, que comprende la maduración de la solución alcalina coloidal de la caseína y el empleo de temperaturas mas o menos elevadas dentro de los límites antes indicados, a fin de acelerar o retrasar la maduración y variar la viscosidad y volumen de la solución.

1065 17) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, que comprende la dilución, lenta y gradual de la solución alcalina coloidal de la caseína, durante su maduración a fin de aumentar su volumen manteniendo constante su viscosidad.

1070 18) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, que comprende la dilución de las soluciones coloidales de caseína con diluyentes especiales a fin de aumentar el volumen de la solución de caseína sin reducir su viscosidad.

1075 19) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual los diluyentes están constituidos por el suero residual de la coagulación de la caseína (habiendo sido o no neutralizado o alcalinizado), soluciones de lactato sódico, formiato sódico y análogos, algunos sulfatos, bisulfitos de sodio o



36



análogos o soluciones de jabones o análogos.

1080

20) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, que comprende la adición a la solución alcalina coloidal de la caseína, de agentes como el sulfuro de carbono apropiados para acelerar la coagulación de la caseína.

1085

21) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual la adición de sulfuro de carbono se efectúa por intermedio de otra substancia tratada previamente con sulfuro de carbono en presencia de hidrato sódico, como jabones, glicerinas y análogos, viscosa de celulosa y análogos.

1090

22) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual una solución alcalina coloidal de caseína láctica o ácida se mezcla con un tanto por ciento mayor o menor de una solución coloidal de viscosa celulósica preparada y madurada igual que para su empleo en la fabricación del rayón de viscosa a fin de obtener una fibra de caseína y de celulosa mezcladas.

1095

23) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual la mezcla de las soluciones de caseína y de viscosa no se efectúa antes de las 24 horas anteriores a su empleo para la hilatura.

1100

24) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, que comprende la adición, a la solución alcalina de caseína sola o a la mezcla de esta con una solución de viscosa, de soluciones de silicatos alcalinos o de soluciones alcalinas o neutras de metales solubles a fin de obtener fibras textiles mineralizadas de caseína sola o de caseína y celulosa.

1105

25) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual los filamentos o fibras obtenidos de la solución alcalina de caseína sola, haciendo pasar dicha solución por una hilera, se coagulan en un baño de una solución acuosa de un ácido, con o sin adición de otras sales, a una concentración no inferior a la que corresponde a 9 litros de ácido sulfúrico a 66° Bé. por cada 100 litros de baño.

1110



20 20 1936



1115 26) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual, al baño ácido de coagulación se añaden sales de aluminio o de estaño, solos o en combinación entre si, adicionadas o no de sulfato sódico, cloruro sódico o formaldehído.

1120 27) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual al baño de coagulación ácido se añade cloruro sódico con adición o no de sales de aluminio o de estaño, sulfato de sodio o formaldehído.

1125 28) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual los filamentos o fibras obtenidos de una solución alcalina de caseína mezclada con una solución de viscosa celulósica, haciendo pasar dicha solución por una hilera, se coagulan en un baño de una solución coagulante ácida, según las reivindicaciones 25, 26 ó 27.

1130 29) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual los filamentos o fibras textiles se coagulan haciéndolos pasar por una solución ácida con una concentración inferior a la que corresponde a 9 litros de ácido sulfúrico a 66° Bé. por cada litro de baño, según las reivindicaciones 25, 26, 27 cuando la hilatura se efectúa con solución alcalina, 1135 no de caseína sola, sino de una mezcla de caseína y de viscosa, según se indica en la reivindicación 28.

1140 30) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el cual los filamentos o fibras obtenidos haciendo pasar la o las soluciones a través de una hilera, se coagulan mediante un recorrido prolongado a través de baños de coagulantes de modo que se obtenga la coagulación de los filamentos incluso con baños de concentración ácida baja y a temperaturas relativamente bajas.

1145 31) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual los filamentos o fibras obtenidos por el paso de las soluciones a través de una hilera y la coagulación sucesiva en un baño coagulante se sumergen al salir del baño coagulante en un baño insolubilizante preparatorio de baja concentración.

1150 32) Procedimiento según las reivindicaciones anterior-



936



res en el cual las fibras obtenidas haciendo pasar las soluciones a través de una hilera y por coagulación sucesiva se insolubilizan mediante un tratamiento con una solución insolubilizadora a base de formaldehído en presencia o no de cloruro sódico sales de aluminio o de un ácido.

1155

33) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual el cloruro sódico se añade a la solución insolubilizante preparatoria o bien a la solución insolubilizantes propiamente dicha, o bien a ambas.

1160

34) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual se efectúa primero una insolubilización parcial de los filamentos mantenidos en tensión, en un baño de concentración debil a fin de impedir el acortamiento de los hilos y luego se completa el tratamiento mediante baños insolubilizantes de contracción mayor, una vez los filamentos han sido cortados a la longitud deseada a fin de obtener un rizado de las fibras.

1165

35) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual la insolubilización de los filamentos se efectúa empezando el tratamiento con baños insolubilizantes de baja concentración de formaldehído, de sales de aluminio o de sodio y pasando gradualmente por baños de concentración mayor.

1170

36) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual se añaden suavizantes a las soluciones coloidales de caseina o a la mezcla de esta solución con una solución de viscosa durante la maduración o en un momento anterior a la hilatura de las soluciones.

1175

37) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores en el cual los filamentos o fibras obtenidos de la o de las soluciones coloidales se tratan en un baño de un suavizante una vez han sido desacidificados, pero antes de desecarlos.

1180

38) Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales constituidas unicamente por sustancia orgánica nitrogenada de origen animal y para la fabrica-



1185 ción de fibras textiles artificiales constituidas por una combinación íntima de una sustancia orgánica nitrogenada de origen animal con sustancias orgánicas vegetales no nitrogenadas con o sin adición de sustancias minerales.

Barcelona 20 de agosto 1936.

JOSÉ M. BOLIBAN
P.P.