



144228

PATENTE DE INVENCION

a favor de:

Antonio Ferretti, de nacionalidad italiana.

residente en Milán (Italia)

por:

"Procedimiento para la fabricación de fibras
textiles artificiales"

M e m o r i a d e s c r i p t i v a

La invención se refiere a perfeccionamientos relativos a la fabricación de fibras textiles artificiales.

En una patente anterior del mismo inventor, se describe un procedimiento completo para la fabricación de fibras textiles artificiales derivadas de la caseína sola o de una mezcla de caseína y de derivados celusósicos, con o sin la adición de sustancias minerales.

La presente invención tiene por objeto un procedimiento para mejorar la calidad de dichas fibras y para reducir el



10. coste de producción.

En la producción de fibras textiles artificiales, según la patente antes citada, el procedimiento de fabricación está dividido en cuatro fases esenciales.

La primera fase consiste, en la preparación, partiendo de la leche, de la substancia que sirve de base, y no sufre alteración en el procedimiento según la presente invención.

En la segunda fase del procedimiento, la caseína es disuelta, diluida y dejada en reposo. Se ha encontrado que puede aumentarse la estabilidad de la solución alcalina de la caseína si a dicha solución se añaden substancias que tienen una acción esterilizante y evitan la fermentación incluso en medio alcalino. Así por ejemplo, el fenol produce una potente acción esterilizante cuando se encuentra en medio ácido o neutro, pero es casi ineficaz cuando se encuentra en medio alcalino, y, por consiguiente, si bien puede emplearse convenientemente para la preparación de caseína en medio ácido, no conviene usarlo en una solución alcalina. El formaldehído es un agente esterilizante tanto en medio ácido como en medio alcalino, pero tiene una acción endurecedora sobre la caseína, y, por lo tanto, solamente puede emplearse en combinación con hidro-sulfitos (hidro sulfito aldehídico). Según la presente invención se obtiene una esterilización eficaz añadiendo una solución acuosa de hidrosulfito sódico a la solución alcalina de caseína. Con esta adición, la estabilidad de la solución de caseína queda triplicada, es decir, la solución se conserva en un estado conveniente para su hilado subsiguiente, durante un período que es aproximadamente el triple del de una solución alcalina de caseína a la cual no se haya añadido hidrosulfito de sosa. Otras substancias evitan la fermentación de una mane-



40. ra similar y preferentemente se emplean aquellas que, como el hidrosulfito de sosa, tienen tambien una acción reductora.

Además de los disolventes reseñados en la patente anteriormente citada para aumentar el volúmen de la solución de caseina sin una reducción de la viscosidad, se ha encontrado que puede conseguirse el mismo objeto usando una cantidad muy pequeña de formaldehido. Por ejemplo, 2.100 litros de una solución alcalina de caseina, preparada por el procedimiento indicado en la patente citada, y a la cual se ha añadido hidrosulfito de sosa de la manera descrita, puede aumentar su volúmen hasta 3.150 litros sin reducción de la viscosidad, diluyendo la solución con 1.050 litros de agua que contengan 2 Kgs. de formaldehido 100%. Si la solución de caseina ha sido preparada sin la adición de hidrosulfito de sosa, es preferible reducir la cantidad de formaldehido a 1,70 Kgs.

55. La tercera fase del procedimiento descrito y reivindicado en la patente antes mencionada, se refiere a la hilatura de la solución de caseina y a la coagulación de las fibras que así se forman.

60. En las fábricas en que se produce rayón por el sistema de la viscosa (xantogenato de celulosa), se desperdicia una cantidad considerable de residuos del baño de coagulación. Según la presente invención se han efectuado investigaciones basadas en la posibilidad de emplear estos residuos para la coagulación de las fibras de caseina.

65. El residuo es de menor concentración que la del baño normal de coagulación, es decir, contiene menos ácido y menos sulfato de sosa.

Se ha encontrado que puede ser utilizado este baño de



substancias residuales con tal que la densidad del mismo sea mayor que 1,18 y que el contenido de ácido sulfúrico sea mayor de 25 gramos por litro de baño. La hilatura uniforme de la solución alcalina de caseína se efectúa en un baño de esta clase, pero las fibras se adhieren unas a otras haciendo el producto inutilizable, a no ser que se sumerjan inmediatamente en una solución de cloruro sódico, a la cual se añaden, preferentemente, sales de aluminio y formaldehído. En lugar de cloruro sódico, pueden añadirse soluciones de sales de metales alcalinos o alcalino-térreos, pero el coste del procedimiento será mayor y el producto final resultará de menos valor.

Para la coagulación de las fibras de caseína, pueden emplearse otros baños que tengan una densidad mayor de 1,18 y un contenido de ácido sulfúrico mayor de 25 gramos por litro de baño, reemplazándose el sulfato sódico por otros sulfatos o cloruros solubles, tales como sulfato de zinc, sulfato amónico, cloruro amónico etc., separadamente o mezclados entre sí, pero el coste del procedimiento de coagulación es relativamente más elevado

La cuarta fase del procedimiento de fabricación según la patente precedente, comprende la operación de hacer las fibras insolubles, tanto si se han obtenido de caseína sola como de una mezcla de caseína y de viscosa celulósica.

En la anterior descripción se menciona que es muy importante, en la producción de fibras sueltas o en copos, mantener dichas fibras en tensión durante la primera parte del procedimiento, es decir, durante el paso a través de un baño de preparación débilmente concentrado para hacerlas insolubles, y, cortar las fibras a la longitud deseada antes de que pasen a los baños sucesivos. De este modo se obtienen fibras que están solo ligeramente encogidas



y que tienen un retorcido uniforme. El arrollamiento de las fibras sobre bobinas, la inmersión en baños preparatorios para volverlas insolubles y el cortado subsiguiente de las fibras, constituyen tres operaciones separadas que son largas, difíciles y costosas de efectuar, y además, los aparatos son complicados y requieren la atención de varios operarios.

100.

Según la presente invención el procedimiento puede llevarse a cabo automática y rápidamente de la manera siguiente:

105.

El haz de fibras que sale de los orificios de la hilera, es conducido a la parte superior de la máquina de hilar, formando así una cinta continua de fibras (por ejemplo, un centenar de hileras que tengan mil orificios cada una, dan lugar a una cinta de cien mil fibras continuas). Esta cinta se conduce bajo tensión,

110.

en primer lugar, a un baño de cloruro sódico, y si se desea eliminar todo o parte del ácido o de las sales que son arrastrados del baño precedente de coagulación, se hacen pasar las fibras en sentido opuesto al de la corriente de cloruro sódico; después la cinta continua de fibras se conduce, todavía bajo tensión, a través del baño preparatorio que las vuelve insolubles, el cual se compone de cloruro sódico y sales de aluminio, con o sin la adición del formaldehído, y cuando las fibras están suficientemente lavadas y convenientemente endurecidas, la cinta pasa por un cortador automático que corta las fibras a la longitud deseada. Las

115.

fibras cortadas, como se acaba de indicar, pueden ser recogidas en el baño de cloruro sódico o de otras sales de metales alcalinos o alcalino-térreos, con o sin la adición de sales de aluminio y de formaldehído, pero con preferencia se recogen en un baño para hacerlas insolubles que está compuesto por una solución acuosa de cloruro sódico, sales de aluminio y formaldehído.

120.

de cloruro sódico, sales de aluminio y formaldehído.

125.



El cloruro sódico en el primer baño de inmersión, puede substituirse por otras sales de metales alcalinos o alcalino-térreos, pero, además de aumentar el precio de coste, el producto resultante es de peor calidad. Además, con el uso de un baño de cloruro sódico, una cierta cantidad de dicho cloruro sódico es arrastrada por las fibras a los baños siguientes de insolubilización, en los cuales, su presencia, no solamente es muy útil sino que es casi indispensable.

130.

El primer baño de inmersión, que elimina el ácido y el sulfato de sodio u otras sales arrastradas por las fibras que salen del baño de coagulación, puede suprimirse cuando la cinta de fibras se sumerge inmediatamente en el baño preparatorio de insolubilización, o bien directamente en el baño completo altamente concentrado.

135.

La cinta, que pasa por el baño a la misma velocidad a que es hilada (de 60 a 80 metros por minuto), puede introducirse de un modo continuo en los baños antes descritos, pero también es posible introducirla de un modo intermitente, por ejemplo, en puntos situados a la distancia de un metro entre sí, haciendo que la cinta se mueva hacia abajo y hacia arriba sumergiéndose en el baño por espacios de 10 a 15 cm. solamente de su recorrido, con separaciones de un metro entre inmersiones sucesivas.

140.

145.

Durante el paso de la cinta de fibras a través de los baños, dos factores son de la mayor importancia:

150. 1.- que la cinta se encuentre en tensión cuando pasa a través del baño, de modo que no pueda encogerse.

2.- que la temperatura del baño sea mayor de 25°C. y preferentemente esté comprendida entre 35°C. y 40°C. para el primer baño compuesto de cloruro sódico u otras sales, y esté compren-



155. dido entre 50°C. y 65°C. para el baño preparatorio o completo de insolubilización de las fibras.

Quando se cumplen estas dos condiciones, la operación continua o intermitente de inmersión de la cinta, tiene lugar en menos de cinco minutos, según la velocidad de hilatura, y las fibras quedan suficientemente endurecidas para evitar su adherencia entre si, aún cuando se empleen baños de coagulación de baja concentración. Las fibras pueden ser cortadas inmediatamente a las longitudes deseadas y solamente se encogen en la magnitud que sea más conveniente para obtener un mejor rizado.

160. Sin embargo, si se desea obtener un rizado o retorcido mayor, en detrimento del grado de finura de las fibras, puede efectuarse el paso de la cinta a través de los baños, sin mantenerlas en tensión.

Por medio del tratamiento antes descrito, pueden tambien obtenerse de la caseina, fibras cortas que sean de número más fino o de menor grueso que las obtenidas durante la hilatura. Por ejemplo, cuando la operación de la hilatura está regulada para producir una fibra del número tres, y no es posible obtener una hilatura más fina, la cinta de fibras puede ser estirada a una velocidad que sea un 50% superior a la velocidad de hilatura, con lo cual, el número que durante la hilatura era de tres, queda reducido a dos, pero si la cinta es cortada inmediatamente, las fibras se encogen y acortan hasta el punto de que vuelven a ser del número tres; en cambio, si la cinta se hace pasar en tensión a través de los baños descritos, y a la temperatura señalada, las fibras se mantendrán en el menor grueso alcanzado.

170. 175. 180.

Teniendo en cuenta que el precio de la lana es tanto más



185. elevado cuanto más fina sea la fibra, se comprende fácilmente la gran importancia que tiene la posibilidad de obtener una mayor finura de la fibra sin un aumento en el coste.

190. Como resultado de lo anteriormente expuesto es importante que la temperatura del baño en el cual son introducidas las fibras después de cortadas sea mayor de 25°C., siendo preferible emplear una temperatura comprendida entre 35°C. y 40°C.

195. El tratamiento para insolubilizar las fibras de caseína se prolonga durante un período muy largo, a veces durante varios días, cuando se lleva a cabo en un baño a la temperatura ambiente que por lo general es menor de 25°C. , con lo cual, las fibras ofrecen poca resistencia a la ebullición sostenida durante un período largo. Por el contrario, se ha encontrado que cuando la temperatura de los baños de insolubilización se aumenta, por ejemplo, entre 60°C. y 70°C., se obtiene una perfecta insolubilización en menos de nueve horas y que las fibras que han sido tratadas a esta temperatura resisten perfectamente a una ebullición prolongada durante varias horas. Antes de proceder a este tratamiento enérgico, es preferible mantener las fibras durante algunas horas en el baño de reunión de las fibras cortadas, a una temperatura comprendida entre 35°C. y 40°C.

205. Puede también obtenerse una resistencia completa a una ebullición prolongada, cuando las fibras de caseína que se han insolubilizado a una temperatura más baja que la indicada, por ejemplo de 25°C. a 50°C. se tratan, preferentemente después de haber sido lavadas y secadas, con una solución acuosa de formaldehído a una temperatura entre 60°C. a 70°C. y durante varias horas, por ejemplo, cinco horas. En este caso es innecesaria la adición de sales de aluminio, o cloruro sódico o de otras sa-

210.



les solubles de metales alcalinos o alcalino-térreos, a la solución de formaldehido.

215.

Este tratamiento puede efectuarse con las fibras secas de caseina y en cualquier momento que se desee, es decir, incluso después de que haya transcurrido un período de muchos meses o años a contar de la fecha de fabricación.

220.

Sobre todo es de mucha importancia que el tratamiento para insolubilizar las fibras, se efectue a temperaturas mayores de 25°C., y que cuando se aplica una temperatura por encima de 25°C. la operación correspondiente tenga lugar en un autoclave que puede ser preferentemente rotativo de modo que las fibras se mantengan en movimiento, mientras que al mismo tiempo el baño para insolubilizar las fibras se hace circular por el interior del autoclave.

225.

De lo que precede, se desprende claramente que para evitar el deterioro de las fibras de caseina acabadas de coagular, no deben insolubilizarse en soluciones acuosas que contengan solamente un tanto por ciento mayor o menor de aldehido fórmico, sino que, a la solución acuosa de aldehido fórmico, se deben añadir otras sales, preferentemente, cloruro sódico y sales de aluminio. Esto es tanto más necesario, cuanto que la insolubilización de las fibras debe efectuarse a temperatura superior de 25°C.

230.

235.

Después de la insolubilización de las fibras de caseina, es conveniente tratarlas con soluciones acuosas de fosfato monosódico, preferentemente, después del secado de las fibras.

240.

Todos los tratamientos expuestos, se deben aplicar a la fabricación de fibras de caseina, cualquiera que sea la clase de caseina empleada (caseina textil, láctica, al ácido, etc.).

Además, algunos de los tratamientos expuestos, son muy importantes no solo para la fabricación de fibras de caseina so-



245.

la, sino también, aunque en menor escala, para las fibras mixtas de caseina y celulosa, porque se obtienen mejores características de calidad en el producto acabado, unidas a una reducción del coste de producción.

250.

Para las fibras mixtas de caseina y celulosa, la operación de desulfuración hecha con los métodos conocidos para el rayon fabricado por el sistema viscosa (xantogenato de celulosa) es sumamente perjudicial; se ha encontrado que puede evitarse el deterioro de las fibras mixtas de caseina y celulosa, añadiendo a la solución desulfurante, cloruro sódico u otras sales solubles de metales alcalinos o alcalino-térreos, con o sin adición de formaldehído. Esto sirve, también, para las fibras de caseina sola, cuando contengan azufre que se desee eliminar.

255.

Se comprende que la forma de ejecución de la invención, podrá sufrir las variaciones y adaptaciones oportunas, sin apartarse de la esencia de la invención.

260.

N O T A

=====

Se reivindica como objeto de la presente invención:

265.

1.- Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales partiendo de la leche, según el cual a una solución alcalina de caseina sola o de caseina mezclada con viscosa celulósica, se añaden sustancias esterilizantes y que evitan la fermentación, siendo estas sustancias preferentemente de tal naturaleza que ejerzan una acción reductora, por ejemplo hidrosulfitos aldehídicos, hidrosulfito sódico o similares.

270.

2.- Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales partiendo de la leche, en el cual una solución alcalina de caseina se diluye en agua en la cual se añade una pequeña cantidad de formaldehído, con el fin de aumentar el volumen



mientras se mantiene constante la viscosidad.

275. 3.- Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales partiendo de la leche, en el cual las fibras obtenidas de soluciones alcalinas de caseína, haciendo pasar dichas soluciones a través de boquillas de hilatura, se coagulan en baños que tienen una densidad mayor de 1,18 y un contenido de ácido sulfúrico mayor de 25 gr. por litro de baño, estando el sulfato sódico substituido total o parcialmente en estos baños, por otros sulfatos o cloruros solubles, por ejemplo, sulfato de zinc, sulfato amónico o cloruro amónico, ya sean solos o combinados entre si o con sulfato sódico.

285. 4.- Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales partiendo de la leche, según la reivindicación 3, en el cual las fibras obtenidas de soluciones alcalinas de caseína haciendo pasar estas soluciones a través de boquillas de hilatura, son coaguladas en un baño que comprende el residuo del baño de coagulación empleado en la fabricación de rayon viscosa
290. (xantogenato de celulosa), teniendo este residuo una densidad mayor de 1,18 y un contenido de ácido sulfúrico mayor de 25 gr. por litro de baño.

295. 5.- Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales partiendo de la leche, en el cual una cinta de fibras, después de salir del baño de coagulación, es conducida de un modo continuo y en tensión, a través de una solución de cloruro sódico.

300. 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, en el cual a la solución de cloruro sódico se añade formaldehído.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 5 o 6, en el cual una cinta de fibras es conducida de modo continuo y en tensión, a través de soluciones de sales solubles de metales al-

calinos o alcalino-térreos, ya sea solas o mezcladas entre si o con la solución de cloruro sódico

305.

8.- Procedimiento según las reivindicaciones 5, 6 o 7, en el cual la cinta de fibras es conducida de un modo continuo y en tensión, después de haber pasado a través de las soluciones mencionadas, a un baño preparatorio de baja concentración que contiene cloruro sódico y sales de aluminio para volver insolubles las fibras.

310.

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, en el cual el baño preparatorio contiene tambien formaldehido u otras sales solubles de metales alcalinos o alcalino-térreos.

315.

10.- Procedimiento según la reivindicación 8, en el cual la cinta de fibras coaguladas es conducida de un modo continuo y en tensión, directamente a través de un baño preparatorio para la insolubilización de las fibras, que contiene cloruro sódico y sales de aluminio.

320.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, en el cual el baño preparatorio también contiene formaldehido u otras sales solubles de metales alcalinos o alcalino-térreos.

325.

12.- Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales partiendo de la leche, según el cual una cinta de fibras coaguladas es conducida de un modo continuo y en tensión directamente a través de una solución para la insolubilización de las fibras, que contiene cloruro sódico, sales de aluminio, y formaldehido.

330.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, en el cual la solución para insolubilizar las fibras, también contiene sales solubles de metales alcalinos o alcalino-térreos.

14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 13, en el cual la cinta de fibras es sumergida de un mo-



do intermitente en las soluciones citadas.

335. 15.- Procedimiento según la reivindicación 14, en el cual la cinta de fibras es introducida en las soluciones mencionadas, en extensiones de 10 a 15 cm. de su longitud, con separaciones de un metro entre inmersiones sucesivas.

340. 16.- Procedimiento según las reivindicaciones 5, 6 o 7, en el cual las fibras coaguladas son conducidas de un modo continuo ya sea bajo tensión o no, a través de soluciones que se encuentran por encima de una temperatura de 25°C. y preferentemente, entre las temperaturas de 35°C. a 50°C.

345. 17.- Procedimiento según la reivindicación 16 y las reivindicaciones 8,9,12 o 13, según el cual las fibras son conducidas de un modo continuo, en tensión o sin ella, a través de la solución para insolubilizarlas, a una temperatura por encima de 25°C. y preferentemente entre 50°C. y 65°C.

350. 18.- Procedimiento según el cual las fibras coaguladas son conducidas de un modo continuo, en tensión o sin ella, a través del baño preparatorio reivindicado en las reivindicaciones 10 u 11, o a través de la solución reivindicada en las reivindicaciones 12 o 13, a una temperatura por encima de 25°C. y preferentemente entre los 50°C. y 65°C.

355. 19.- Procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones 5 a 18, según el cual las fibras coaguladas son estiradas y conducidas en tensión a través de las citadas solución o soluciones.

360. 20.- Procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones 5 a 8, según el cual las fibras son sumergidas en las citadas solución o soluciones, después de haber sido cortadas a la longitud deseada y a una temperatura por encima de 24°C. y preferentemente entre 35°C. y 40°C.



21.- Procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en el cual las fibras son insolubilizadas a temperatura por encima de 25°C.

365.

22.- Procedimiento según la reivindicación 21, según el cual las fibras se han insolubilizado a baja temperatura, preferentemente después de haber sido lavadas y secadas, se someten a un tratamiento ulterior en soluciones acuosas de formaldehído con o sin la adición de otras sales, a una temperatura por encima de 25°C. y preferentemente entre los límites 60°C. y 70°C.

370.

23.- Procedimiento en el cual las fibras coaguladas de caseína, se insolubilizan en soluciones que contienen formaldehído como substancia básica, juntamente con otras sales tales como cloruro de sodio y sales de aluminio.

375.

24.- Procedimiento según las reivindicaciones 21, 22 o 23, en el cual el mencionado tratamiento se efectúa en un autoclave rotativo con el fin de mantener las fibras en movimiento.

25.- Procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones 1 a 24, en el cual las fibras insolubles se someten a un tratamiento con soluciones acuosas de fosfato monosódico, bisódico o trisódico, con o sin la adición de formaldehído y preferentemente después que las fibras han sido secadas.

380.

26.- Procedimiento según la reivindicación 1 o según cualquiera de las precedentes reivindicaciones 5 a 25, en el cual las fibras se obtienen de una mezcla de caseína y de viscosa celulósica.

385.

27.- Procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones 1 a 26 en el cual las fibras son desulfuradas en los baños empleados normalmente con tal objeto en la fabricación de rayon, a los cuales se añaden cloruro sódico u otras sales solubles de metales alcalinos o alcalino-térreos.

390.



28.- Procedimiento según la reivindicación 27, en el cual,
al baño de desulfuración se añade formaldehído.

395.

29.- Procedimiento para la fabricación de fibras textiles artificiales tal como se ha descrito en la presente memoria.

30.- Procedimiento por medio del cual se obtienen fibras textiles artificiales de las características consignadas en las reivindicaciones precedentes.

San Sebastián, a 23 de Febrero de 1938

II Año Triunfal

p.a.

M. Boivin