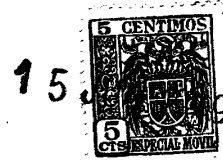


mc/

188861



188861

P A T E N T E      D E      I N T R O D U C C I O N

=====

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S.A. - de nacionalidad española - domiciliada en BARCELONA,

por:

" Procedimiento para la obtención de hilos y fibras, partiendo de una mezcla de viscosa y productos de desintegración de la albumina "

-----:oOo:-----

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

Ya es conocida la fabricación de hilos y fibras partiendo de mezclas de viscosa y de materias que contienen albumina, como la caseina y productos similares, obteniéndose hilos o fibras que tiñen fácilmente con colorantes ácidos



para lana y que se adhieren fácilmente a la goma. Los hilos y fibras así obtenidos, aunque presentan propiedades tintoreas semejantes a las de la lana, no han dado un resultado práctico satisfactorio por su escasa resistencia. Esta insuficiencia de la resistencia se debe a que, según los procedimientos conocidos, no es posible mezclar de una manera homogénea la viscosa con una solución alcalina de caseína y, por lo tanto, la composición de los hilos obtenidos no es tampoco homogénea.

Se ha intentado obtener mezclas homogéneas de soluciones alcalinas de caseína y viscosa, efectuando la mezcla en aparatos adecuados, pero se ha comprobado que aunque se llegue a obtener una dispersión muy fina, ésta es muy poco estable y al cabo de cierto tiempo vuelven a separarse sus componentes, más o menos completamente, conociéndose este fenómeno con el nombre de "coacervación".

Se ha propuesto también mezclar la viscosa con materias albuminoideas solubles en agua, como cola, gelatina, etc. Pero si bien estas mezclas son estables, los hilos obtenidos a partir de ellas no presentan las propiedades requeridas, ya que las materias albuminoideas solubles en agua no coagulan con suficiente rapidez en el baño de hilar, y por lo tanto, no quedan incluidas, o solamente en una proporción muy pequeña, en el hilo formado.

Según el procedimiento objeto de esta patente, se ha encontrado que pueden obtenerse hilos artificiales de características técnicas perfectas, partiendo de una mezcla de viscosa y albumina, sometiendo la materia albuminoidea, por ejemplo caseína, albumina de habas, de soja, u otras materias semejantes, antes de añadirla a la viscosa, a una descomposición química regulada. La descomposición de la materia albuminoidea debe llevarse solamente hasta el punto en que se vuel-

15 JUN



5 va perfectamente miscible con la viscosa y que coagule con  
suficiente rapidez en el baño ácido de hilar. Cuando la des-  
composición de las materias albuminoideas se prolonga más de  
lo estrictamente necesario para que puedan mezclarse homoge-  
neamente con la viscosa (no presentándose ya por consiguiente  
el fenómeno de la coacervación), se forman polipeptidos (e  
incluso aminoácidos) que se disuelven durante el proceso de  
hilado o durante los tratamientos ulteriores a que se somete  
la fibra, por lo que el efecto perseguido queda atenuado o  
10 anulado. Sin embargo, estos resultados dependen de la pro-  
porción de nitrógeno en las fibras. Esta descomposición de  
las materias albuminoideas puede efectuarse por medio de áci-  
dos, alcalis, enzimas, por hidrólisis con vapor de agua a pre-  
sión, o por cualquier otro sistema. Es conveniente, cuando  
15 se somete la caseína, por ejemplo, a una hidrólisis alcalina,  
llevar a cabo esta hidrólisis hasta el grado preciso en que la  
albumina se mezcle homogéneamente con la viscosa. El grado  
que debe alcanzar la descomposición de la materia albuminoi-  
dea, puede determinarse fácilmente mediante ensayos o exami-  
nando al microscopio un poco de la solución alcalina de mate-  
ria albuminoidea descompuesta mezclada con viscosa, debiendo  
20 presentar esta mezcla un aspecto completamente homogéneo.  
Añadiendo un ácido diluido, la solución albuminoidea debe coa-  
gular inmediatamente y, prácticamente, por completo. El gra-  
do necesario de descomposición depende de la clase y de la  
25 composición de la viscosa.

Para que los hilos artificiales u otros productos  
de hidratos de celulosa que contengan albumina, resistan per-  
fectamente el tratamiento alcalino ulterior, se ha propuesto  
30 someter estos productos a un tratamiento con aldehidos, y es-  
pecialmente con soluciones de formaldehido. Se ha encontrado



5 ahora que no conviene hacer actuar los aldehidos, o compuestos que se desdoblén en aldehidos, sobre el hilo ya formado, sinó que es preferible mezclar previamente la solución de albumina con el aldehido o con compuestos que se desdoblén en

10 aldehido, en cantidad suficiente para la transformación de los grupos amino libres de la albumina. La cantidad necesaria puede determinarse fácilmente por los métodos publicados por Sörensen (Biochem. Centralblatt 7.45, 1907) o por V. Slyke (Journ. Biol. Chem. 9.185, 1911). La adición del formaldehido a la solución alcalina de albumina presenta además la ventaja de que, durante el hilado en el baño ácido de hilar, se precipita inmediatamente en el hilo un compuesto insoluble de albumina, por lo que ya no es preciso efectuar ningún tratamiento ulterior especial de endurecimiento.

15 Respecto a la cantidad de albumina que deba emplearse, hay que tener en cuenta el fin que se desee alcanzar.

Si se quiere obtener una fibra que tiña como la lana natural, partiendo de la caseina de la leche, deberá emplearse ésta en una proporción de 20-25% sobre la celulosa.

20 El hilado de la mezcla homogénea de albumina y viscosa puede efectuarse en cualquier baño de hilar apropiado para la viscosa. Es recomendable añadir materias curtientes de cualquier clase conocida, para evitar que las fibras se peguen entre sí.

Es posible obtener hilos de buena calidad y de una gran resistencia someténdolos, después de haber pasado por el

25 baño de hilar, a un estirado en un segundo baño que, además de determinadas cantidades de sal, contenga una pequeña proporción de ácido. El estirado de hilos de viscosa en baños separados es ya conocido desde hace tiempo.

30 Debido a que, por la descomposición parcial de la materia albuminoidea, puede producirse una coloración, es recomendable añadir un medio reductor como cloruro de estaño,



cloruro de titanio, sulfito o hiposulfito según que se trabaje en medio ácido o alcalino. En caso de que se produzca esta coloración, puede eliminarse mediante un tratamiento con carbón activo.

5

EJEMPLO 1.- Se disuelven 180 gr. de caseína en 800 gr. de agua y 7.2 gr. de NaOH. A esta solución de caseína se añaden 20 gr. de NaOH y 5 gr. de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  y se calienta la mezcla a 95° hasta que una gota de la misma se mezcle homogéneamente con algunas gotas de viscosa normal (pudiéndose comprobar fácilmente al microscopio), lo cual requiere un tiempo de 25 minutos aproximadamente.

10

La solución alcalina de albumina así obtenida, se enfría y se filtra.

15

Para determinar la cantidad de formaldehído necesaria para transformar los grupos amino libres, se efectúa el filtrado por el método Sörensen, de una pequeña cantidad de la solución alcalina de albumina. Generalmente se necesitan unos 26 gr. de formalina comercial por 1 Kg. de solución de albumina.

20

A continuación se mezclan 5 Kg. de viscosa normal (que contenga 8% de celulosa) con 500 gr. de la solución de albumina y formalina. Luego se hila en un baño de hilar compuesto por 5% de  $\text{MgSO}_4$ , 15% de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  y 8% de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y el hilo formado se lava hasta eliminar el ácido, se seca y se desulfura con  $\text{Na}_2\text{S}$ .

25

Investigando el nitrógeno se comprueba que la fibra contiene aproximadamente un 86% de la albumina añadida.

30

La fibra seca observada al microscopio da una imagen completamente homogénea y se tiñe con Neolanvioleta R (Ciba) casi con tanta intensidad como la lana natural, empleando la misma relación de baño.



18886

EJEMPLO 2.- De manera análoga a la indicada en el ejemplo 1, se mezclan 5 Kg. de viscosa normal con 500 gr. de una solución alcalina de albumina obtenida por desintegración de 80 gr. de albumina de habas con un exceso de NaOH.

5 La solución obtenida se hila en un baño de hilar compuesto de 70% de H<sub>2</sub>O, 10% de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 10% de MgSO<sub>4</sub>, 8% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y 2% de un producto de condensación del ácido cresil-sulfónico con formaldehído, a la temperatura de 42°C.

10 El hilo se somete a la acción de un segundo baño formado por 10% de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y 89% de agua, a la temperatura de 85°C, se estira en un 65% aproximadamente y se corta luego en fibras de la longitud deseada. Por último, la masa de fibras se lava, se seca, se desulfura y se apresta.

15 Si se mezclan estas fibras con lana natural y se tiñen con rojo de antraceno ácido 3 B, no se observa prácticamente ninguna diferencia de color entre las dos clases de fibras.

20 EJEMPLO 3.- Se hierven 100 gr. de caseína con 1 litro de ácido sulfúrico al 15% y 10 cm<sup>3</sup> de una solución de cloruro de titanio en HCL, durante dos horas, en un recipiente provisto de refrigerante de reflujo y luego se decolora con carbón activo. La solución se diluye en un volumen igual de agua y se neutraliza luego con sosa al 30% hasta que la masa dé una reacción débilmente ácida con rojo de metileno, formándose un precipitado espeso.

25 Este se filtra, se lava y se disuelve en 400 gr. de NaOH al 2%. Se añaden 15 gr. de formalina comercial, se mezcla la masa con 5 litros de una viscosa normal y se procede a continuación como en el ejemplo 2. La solución de hilar  
30 obtenida es completamente homogénea.

Con el procedimiento objeto de esta patente, se ob-



5 tienen hilos de viscosa que no solo tiñen perfectamente con los colorantes ácidos, sino que además tienen elevadas características físicas de resistencia y elasticidad y una gran adherencia para el caucho y productos similares, de manera que entre otras muchas aplicaciones son especialmente apropiados para la fabricación de neumáticos y correas de goma.

-----: N O T A :-----

10 Se reivindica como objeto de esta patente:

15 1.- Procedimiento para la obtención de hilos y fibras, partiendo de una mezcla de viscosa y productos de desintegración de la albumina, caracterizado por tomar una albumina insoluble en agua y cuya solución alcalina no sea miscible por si misma de manera homogénea con la viscosa, como  
20 caseína, albumina de habas, de soja, etc. y someter esta albumina a una descomposición parcial regulada, hasta el grado suficiente para que la solución alcalina de albumina resulte miscible de manera homogénea con la viscosa, sin perder su facultad de coagular en el baño de hilar, transformar luego todos o casi todos los grupos amino libres, por la acción de un aldehído o de un compuesto que se desdoble en aldehído, mezclar esta solución de albumina con la solución de viscosa, e hilar la mezcla de viscosa y albumina en un baño de hilar  
25 conocido, que contenga ácido y sal, al que pueden también añadirse materias curtientes.

30 2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por que la mezcla homogénea de albumina y viscosa se hila en un baño de hilar conocido que contenga ácido y sal, sometiendo luego el hilo formado a un fuerte estirado en un segundo baño caliente que contiene sal y una pequeña pro-

15 JUN



18805

porción de ácido.

3.- Procedimiento para la obtención de hilos y fibras, partiendo de una mezcla de viscosa y productos de desintegración de la albumina.

5

Esta memoria consta de ocho páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 15 JUN. 1949

P.A.

JOSÉ M. BOLIBAR  
P.A.