

mc/

Caso "MER INOVA V"

208896



208896

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

=====

a favor de

D. Angel FERRETTI y AMERICAN PATENTS CORPORATION - de nacionalidad el primero italiana y la segunda panameña - domiciliados el primero en BUENOS AIRES (Argentina) Florida, 165, Caleria Guemes, esor. 904 y la sociedad en PANAMA (República de Panamá) Avenida central N^o. 16-A.

por:

" Procedimiento para el estiraje de filamentos artificiales de proteínas "

====:oOo:====

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



Esta invención se refiere a la producción de filamentos y fibras artificiales a base de proteínas globulares insolubles en agua. Según esta invención se emplean especialmente las proteínas clasificadas como fosfoproteínas, glubulina, prolaminas, etc., o sea las caseinas extraídas de leches descremadas de vaca, bufalo, oveja y otras; las proteínas obtenidas de semillas y frutos vegetales y las harinas respectivas que contienen proteínas más o menos nitrogenadas como las proteínas extraídas de cacahuete, de maiz, de semillas de algodón, de las semillas de soja y de otras leguminosas, etc.

El principal objeto de esta invención consiste en estirar los filamentos artificiales de proteínas para que los filamentos adquieran una tenacidad considerable tanto en seco como en húmedo. Otros fines de la invención aparecerán en el transcurso de esta memoria.

Se conocen ya procedimientos para estirar los hilos artificiales durante su fabricación a fin de conseguir un aumento de tenacidad; es conocido especialmente estirar los hilos obtenidos de soluciones de celulosa, en el mismo baño de hilatura o inmediatamente después de salir del mismo, es sabido por otra parte que los hilos sintéticos obtenidos por la fusión e hilatura de los polímeros sintéticos lineales como el Nylón, se estiran en frío para aumentar su tenacidad, se conoce finalmente por la patente española nº 144.828 reunir en una cinta continua los filamentos artificiales de caseina, después de salir del baño de hilatura y estirarlos para hacerlos más delgados, es decir hilar por ejemplo un título de tres dineros y estirarlos un 50% inmediatamente después de salir del baño de hilatura a fin de reducir el título del hilado de tres a dos dineros,



5 haciendo pasar luego la cinta de hilos a través de baños de endurecimiento, manteniéndolos en tensión durante algunos minutos a fin de evitar que los hilos después de cortados en fibras cortas tiendan a encojarse volviendo nuevamente del título de dos al de tres dineros.

10 Sin embargo, mientras que los hilos artificiales de celulosa, por ejemplo los de viscosa, estirados inmediatamente después de la coagulación, pueden aumentar su tenacidad, por efecto del estiraje, en un 100% y más, los hilos de proteínas, por el contrario, a la salida del baño de hilatura son blandos y están totalmente desprovistos de polimerización por lo que estirando estos hilos si bien se obtiene el resultado de obtener hilos más delgados no se obtiene sin embargo aumento alguno de tenacidad; es bien sabido
15 que puede conseguirse un ligero aumento de tenacidad insolubilizando los filamentos artificiales de proteínas con soluciones de formaldehído y sometiendo después de la insolubilización los filamentos al estiraje, por ejemplo de 100% y manteniéndolos en tensión durante media hora aproximadamente.
20 Este procedimiento, sin embargo, a parte de proporcionar únicamente un ligero mejoramiento no es prácticamente aplicable a una gran producción industrial y en realidad no ha sido nunca aplicado en la práctica.

25 Por otra parte, es sabido que el estiraje de los filamentos artificiales se efectúa entre una primera bobina que gira a una determinada velocidad periférica y una segunda bobina que gira a una velocidad periférica mayor en correspondencia con el tanto por ciento de estiraje que se desea obtener en el filamento; por ejemplo, los filamentos son
30 estirados entre una primera bobina que gira a una velocidad periférica de 50 metros por minuto y una segunda bobina que



gira a una velocidad periférica de 100 metros por minuto a fin de obtener en los breves instantes de paso de los hilos de la primera a la segunda bobina un estiraje de 100%, es decir, una longitud de los hilos doble de la que presentaban antes de ser sometidos al estiraje. Un método de estiraje tan fulminante, aplicado a las fibras artificiales en general, por ejemplo al estiraje de hilos artificiales de viscosa celulósica permite obtener un buen resultado en la tenacidad, pero si este método de estiraje se aplica a los hilos artificiales de proteína no produce aumento alguno de la tenacidad, o en el mejor de los casos produce solo un pequeño e insignificante aumento.

Conforme con esta invención, se ha observado de manera sorprendente que es posible obtener, por el contrario, una buena tenacidad sometiendo las mechas de filamentos artificiales de proteína, procedentes de una o más hileras a un estiraje progresivo, muy lento y gradualmente creciente sobre rodillos apropiados con la condición de que tal estiraje progresivo se efectúe simultáneamente con el tratamiento con uno o más baños salinos, aplicados de una manera continua en forma de lluvia abundante sobre los filamentos, los cuales, preferiblemente, se sumergen también en los baños salinos a través de los cuales pasan durante su trayectoria en espiral sobre la parte sumergida de los rodillos de estiraje.

Un mejor resultado ulterior, es decir una mayor tenacidad se obtiene efectuando el tratamiento de los hilos durante su estiraje progresivo con los baños salinos de piquelaje descritos en la patente española, solicitada el 25 de Enero de 1952, N.º. 201.697, pero pueden emplearse también otros baños salinos ya conocidos para el tratamiento de hi-



5 lados de proteína, a los cuales y a fin de obtener un me-
jor resultado, se añaden sustancias solubles que ejercen
sobre las proteínas una acción de polimerización, de con-
densación o bien de endurecimiento (aún cuando estas subs-
tancias no posean acción insolubilizante de las proteínas)
por ejemplo taninos vegetales o sintéticos o bien sales de
cromo, de zirconio, de aluminio u otras o bien otras sales
o sustancias de acción análoga, de modo que el estiraje
progresivo tenga lugar paralelamente o simultáneamente a
10 un proceso progresivo de polimerización de las moléculas
de la proteína hilada.

El proceso de estiraje y de polimerización es
favorecido por la temperatura más o menos elevada de los
baños salinos en relación con los diferentes tipos de pro-
teína empleada a fin de poner los filamentos en un estado
15 de relativa plasticidad durante el estiraje.

El estiraje de los filamentos de celulosa o de
polímeros lineales sintéticos permite obtener buenos resul-
tados aún cuando se efectúe de una manera rápida e intensa
entre dos bobinas que giran a velocidades periféricas dife-
rentes, pero para los filamentos de proteínas el resultado
máximo en la tenacidad de los filamentos se obtiene esti-
rando los hilos lo más lentamente posible y sin sacudidas
a fin de permitir que las moléculas se deslizen lentamen-
te hasta ocupar una posición lineal evitando que se aglo-
meren. El deslizamiento regular y sin aglomeraciones de
las moléculas, se facilita en gran manera, no solo por la
lentitud y progresividad del estiraje, sino además por la
acción polimerizante simultánea de los baños salinos y de
25 las elevadas temperaturas empleadas, después de iniciado el
estiraje a baja temperatura. Aplicando con rigurosa exac-



titud las enseñanzas de esta invención se obtienen, con las fibras de proteína, resultados de tenacidad que no han sido hasta ahora obtenidos empleando métodos de estiraje reproducción de los empleados en la obtención de filamentos artificiales de celulosa y polímeros lineales sintéticos.

5 Esta invención no está vinculada al empleo de ninguna disposición mecánica conocida como conveniente para el estiraje de filamentos, pero un aparato preferido, conforme esta invención, debe ser apto para ejercer un estiraje muy lento y gradualmente creciente, a fin de conseguir que las pequeñísimas moléculas que componen la macromolécula esférica de las proteínas, puedan adquirir una posición lineal y sea posible un alargamiento de los hilos que puede llegar hasta el mil por ciento, y más según las proteínas y baños salinos empleados y según la velocidad de extracción de los hilos del baño de hilatura; es preferible que la duración del estiraje y del tratamiento simultáneo con baños salinos no sea inferior a un minuto pero puede prolongarse utilmente hasta 20-25 minutos e incluso más, a fin de obtener los mejores resultados posibles.

10
15
20 A continuación se explicará detalladamente el objeto de esta invención con referencia a los planos adjuntos en los cuales se representan, como ejemplo pero no en sentido limitativo, algunas formas de ejecución del aparato para la práctica del procedimiento objeto de esta invención.

25 La figura 1, representa esquemáticamente y en perspectiva una primera forma de ejecución del aparato de hilatura con estiraje progresivo.

30 Las figuras 2, 3 y 4, representan detalles de los rodillos de estiraje.



La figura 5, representa una variante del aparato.

Las figuras 6, 7 y 8, representan en alzado y en perspectiva otras formas de ejecución.

5 Las figuras 9 y 10, representan otras variantes de los rodillos de estiraje.

A continuación y con referencia a los planos adjuntos, se explicará la ejecución del procedimiento objeto de esta invención, como sigue:

10 EJEMPLO.- Con referencia a la figura 1 la mecha de filamentos -S- obtenida hilando una solución de proteína a través de una hilera -10- con 1600 orificios es extraída del baño de hilatura -12-, se hace avanzar en espiral sobre dos rodillos cónicos pequeños -14- y -15-, se hace deslizar
15 luego sobre una teja o canal -16- combinada con un tubo o rociadera -18- para un primer lavado y se hace pasar luego sobre dos o más pares de rodillos cónicos -20-21- y -22-23-. Estos rodillos están montados por uno de sus extremos sobre
20 soportes aplicados por ejemplo a un bastidor -24- y -25- respectivamente, mientras que es preferible que su otro extremo quede libre, es decir, que es mejor que estos rodillos giren sobre un solo soporte.

25 Los ejes de los rodillos cónicos -21- y -23- están inclinados con relación a los ejes de los rodillos -20- y -22- (figuras 2 y 3) de modo que las espirales de hilo avancen a lo largo de ambos rodillos. Es conveniente que los soportes -26- y -27- de los rodillos inclinados -21- y -23- estén dispuestos de modo que pueda aumentarse o disminuirse la inclinación de dichos rodillos a fin de poder regular fácilmente el paso -P- entre una espira y la otra (fi-
30 gura 2).



5 Debe evitarse que las espiras que avanzan estén demasiado próximas con peligro de ponerse en contacto y enredarse una con otra, pero conviene evitar también que se encuentren demasiado separadas, lo que reduciría perjudicialmente la utilización del espacio a lo largo de los rodillos y además se reduciría la beneficiosa lentitud gradual del estiraje y la duración del tratamiento con el baño salino. Este último se deja caer en forma de lluvia por medio de las toberas calibradas -28-30- y -32- sobre uno de los rodillos o sobre ambos o bien sobre uno o más pares 10 de rodillos de modo que los filamentos estén continuamente mojados por el baño tanto por el suministrado en forma de lluvia como por el mismo baño contenido en cubetas -34- y -36- dispuestas por debajo de los rodillos inferiores -20- 15 -22- y a través de las cuales los filamentos están obligados a pasar sumergidos durante su avance en espiral sobre los rodillos de estiraje.

El baño salino podrá presentar preferiblemente una temperatura de 20-40° C. durante la primera parte del recorrido de la mecha, es decir, entre los pares de rodillos cónicos -14-15- y -20-21-, siendo luego preferible 20 aumentar su temperatura hasta 60° C. y pudiéndose elevar la temperatura hasta 80-98°C. o más durante la última parte del recorrido de la mecha.

25 En vez de un solo tipo de baño, pueden emplearse se dos o más baños incluso con diferentes grados de concentración salina según la acción polimerizante o bien deshidratante más o menos intensa que se desee obtener, o bien los baños pueden también presentar distinta composición 30 salina unos de otros. Los rodillos -20a-, -21a-, -22a-, -23a- en el extremo del recorrido de la mecha -S- pueden presen-



tar tramos cilindricos -38-39- de modo que cese el estiraje del hilo en correspondencia con los mismos, manteniéndose la mecha únicamente en tensión para impedir su acortamiento. En esta última fase puede suprimirse el tratamiento con baños salinos calientes de modo que la mecha se enfríe o bien puede darse un baño salino frío para acelerar el enfriamiento.

La longitud de los pares de rodillos -20-21- y -22-23- y la conicidad de los mismos es tal que permita obtener un estiraje de la mecha de 1200% (mil doscientos por ciento) por lo menos calculado sobre la longitud inicial y obtener por otra parte una duración del tratamiento con baños salinos, simultáneo con el estiraje, de doce minutos por lo menos y preferiblemente de 25 a 30 minutos.

Los mejores resultados se consiguen con rodillos que permitan limitar el estiraje de cada una de las espiras que avanzan sobre dos rodillos cónicos, en la limitada proporción de dos por mil y aún menos, calculada sobre la longitud de cada espira que rodea los rodillos cónicos.

Como se representa en las figuras 2 y 3, los dos rodillos cónicos pueden presentar diferente diámetro siempre que su velocidad periférica esté perfectamente sincronizada, pueden estar dispuestos uno encima del otro y a distancias diferentes; es preferible que los rodillos inclinados -21- y -23- se encuentren por encima de los otros rodillos -20- y -22- respectivamente y su diámetro puede ser menor, por ejemplo: la mitad e incluso menos que el del otro rodillo inferior -20- y -22- respectivamente.

La velocidad de extracción del filamento del baño de hilatura puede variar dentro de límites amplísimos, por ejemplo desde unos 6 metros hasta más de 100 metros por



208896

minuto. Inmediatamente después de su extracción del baño de hilatura -12- los filamentos se hacen pasar sobre los rodillos de estiraje, pero, como se indica en la figura 5, es preferible hacerlos pasar primeramente sobre un par de rodillos cilindricos -14b-15b-, guiados por un guia hilos o por un cilindro -40-, a fin de efectuar por medio de un tubo -42-, un primer lavado con baños salinos sin efectuar estiraje, o estirando solo muy ligeramente, empleando en este caso los rodillos cónicos -14-15- de la figura 1. Los filamentos -8- se hacen pasar luego por una teja o canal -16- por la que escurre el baño salino procedente del tubo -18- y que une el primer par de rodillos cónicos -14-15- o -14b-15b- con el par de rodillos cónicos -20-21- y -22-23- para el estiraje progresivo con tratamiento.

De esta manera los filamentos se vén obligados a permanecer siempre sumergidos en los baños y estas tejas o canales a ello destinadas, pueden interponerse en cada pasaje entre par y par de rodillos, como se indica en las diversas figuras.

El estiraje progresivo y el tratamiento simultaneo de los filamentos puede efectuarse también sobre dos pares de rodillos de gran longitud o sobre dos o más pares de rodillos cónicos más cortos, dispuestos de modo que se obtenga el mismo resultado. El número de pares de rodillos puede ser todavía aumentado si se desea obtener un estiraje mayor que el indicado antes y aumentar al mismo tiempo la duración del tratamiento de la mecha. Como se representa en las figuras 6, 7 y 8 en lugar de la mecha procedente de una sola hilera, pueden reunirse las mechas de dos o más hileras aún cuando es conveniente no exagerar, por cuanto si la mecha resulta demasiado gruesa el tratamiento con baños salinos deberá prolon-

208896



5 garse más para conseguir el mejor resultado posible por el procedimiento indicado. Si se desea efectuar el estiraje progresivo y el tratamiento simultaneo de todas las mechas de una máquina de hilatura entera, por ejemplo de cien hileras de 1600 orificios, puede operarse como se representa en la figura 7 con uno o más pares de rodillos cónicos -22c-23c- de gran longitud preferiblemente apoyados en soportes -25c- en ambos extremos y de una solidez suficiente para soportar ampliamente el esfuerzo necesario para efectuar el estiraje lento y progresivo de cien mechas reunidas en una sola cinta -6- que avanza continuamente en espiral sobre los rodillos cónicos mencionados y mientras dicha cinta es tratada simultáneamente con baños salinos por rociado e inmersión en las cubetas -34- y -36- como ya se ha dicho.

15 Una variante del procedimiento objeto de esta invención y refiriéndonos a las figuras 9 y 10 consiste en hacer todavía más lento el estiraje de los filamentos interrumpiendo la conicidad de los rodillos -20d-21d- por medio de superficies cilíndricas -44-45- y -46-47- (figura 9) de modo que los hilos -5- después de un primer estiraje durante su avance sobre la porción cónica puedan reposar al avanzar sobre una zona cilíndrica que les mantiene únicamente en tensión, o bien sobre zonas -44c-45c-46c-47c- con una ligera conicidad inversa que consienta un pequeño acortamiento de los hilos antes de emprender de nuevo el estiraje progresivo sobre una serie de zonas cónicas -20'c-21'c-. Estas zonas de los rodillos cónicas y cilíndricas o de conicidad inversa, pueden ser más o menos numerosas según los resultados que se deseen obtener.

30 Otra variante del procedimiento consiste en alternar un par de rodillos cónicos -20c-21c- con un par de

208896



rodillos cilindricos -38c-39c- como se representa en las figuras 6 y 7 o bien alternar un par de rodillos cónicos -20f- -21f- con un par de rodillos de conicidad inversa -50-51- como se representa en la figura 8 obteniendo los resultados antes indicados.

5

Los rodillos cónicos o los rodillos cilindricos o ambos, tal como se han descrito, pueden estar provistos de medios de caldeo. Por ejemplo estos rodillos pueden ser huecos para permitir el paso de un fluido caliente como agua, vapor o aire. También y de una manera equivalente podrán disponerse en dichos rodillos elementos termoeléctricos. Como se comprenderá la temperatura de los rodillos podrá ser gobernada por medios termostáticos o similares.

10

Después del estiraje, los hilos pueden ser cortados a la longitud deseada, insolubilizados, acabados y secados por cualquier procedimiento ya conocido.

15

Es sin embargo preferible para obtener ulteriores aumentos en la tenacidad, insolubilizar los filamentos estirados antes de cortarlos en fibras, siguiendo cualquier procedimiento ya conocido para la insolubilización de una cinta continua de filamentos proteicos, por ejemplo con formaldehído u otra substancia de acción análoga, de modo que la cinta de filamentos insolubilizados pueda someterse nuevamente a un ulterior estiraje progresivo antes, durante o después del lavado con agua y con soluciones acuosas salinas de lavado.

20

25

Sucesivamente los hilos pueden ser secados en cinta continua y preferiblemente cortados a la longitud deseada y secados después.

30

Los resultados que se obtienen con el procedimiento de esta patente son muy superiores a los que se ob-



5 tienen por cualquier otro procedimiento conocido para el estiraje de filamentos de proteína. Esta invención no excluye la adición de formaldehído a los baños salinos de tratamiento durante el estiraje progresivo de los filamentos, pro dicha adición no es absolutamente necesaria para obtener la elevada tenacidad deseada, lo que es muy importante teniendo en cuenta que las emanaciones de gas formaldehído hacen pesado el trabajo y son muy perjudiciales para la salud de los obreros.

10 El objeto de esta patente no queda limitado al ejemplo descrito, sinó que cubre todas las variantes del procedimiento con el cual se consigue el fin de esta invención.

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

15

Se reivindica como objeto de esta patente:

20 1.- Procedimiento para el estiraje de filamentos artificiales de proteínas, caracterizado porque los filamentos de una o más hileras, al salir del baño de hilatura se hacen avanzar en espiral sobre un par por lo menos de rodillos cónicos uno de los cuales se encuentra en posición oblicua con relación al otro, a fin de obtener un avance regulable de los filamentos en forma de espiras y su estiraje lento y progresivo en relación con la deseada conicidad y longitud de los rodillos, mientras que los filamentos durante su estiraje progresivo son tratados con baños acuosos salinos a temperaturas superiores a 20° C.

25 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque a los baños salinos de tratamiento de los hilos durante su estiraje progresivo se añade por lo menos una substancia elegida entre los taninos vegetales o sinté-

30

208896



5 ticos o bien entre las sales de cromo, zirconio, aluminio u otras substancias o sales de acción análoga.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la temperatura de los baños salinos de tratamiento durante el estiraje progresivo, varia desde el principio al fin entre los 20 y los 98° C.

10 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el estiraje progresivo de los filamentos se suspende de vez en cuando alternando con una o más fases de tensión únicamente o bien de ligeros aflojamientos de los hilos antes de pasarlos a sucesivas fases de estiraje.

15 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque los filamentos de proteína ya estirados progresivamente se insolubilizan y se someten luego a un nuevo estiraje progresivo antes, durante o después del lavado con agua o con soluciones salinas de lavado.

20 6.- Procedimiento para el estiraje de filamentos artificiales de proteínas.

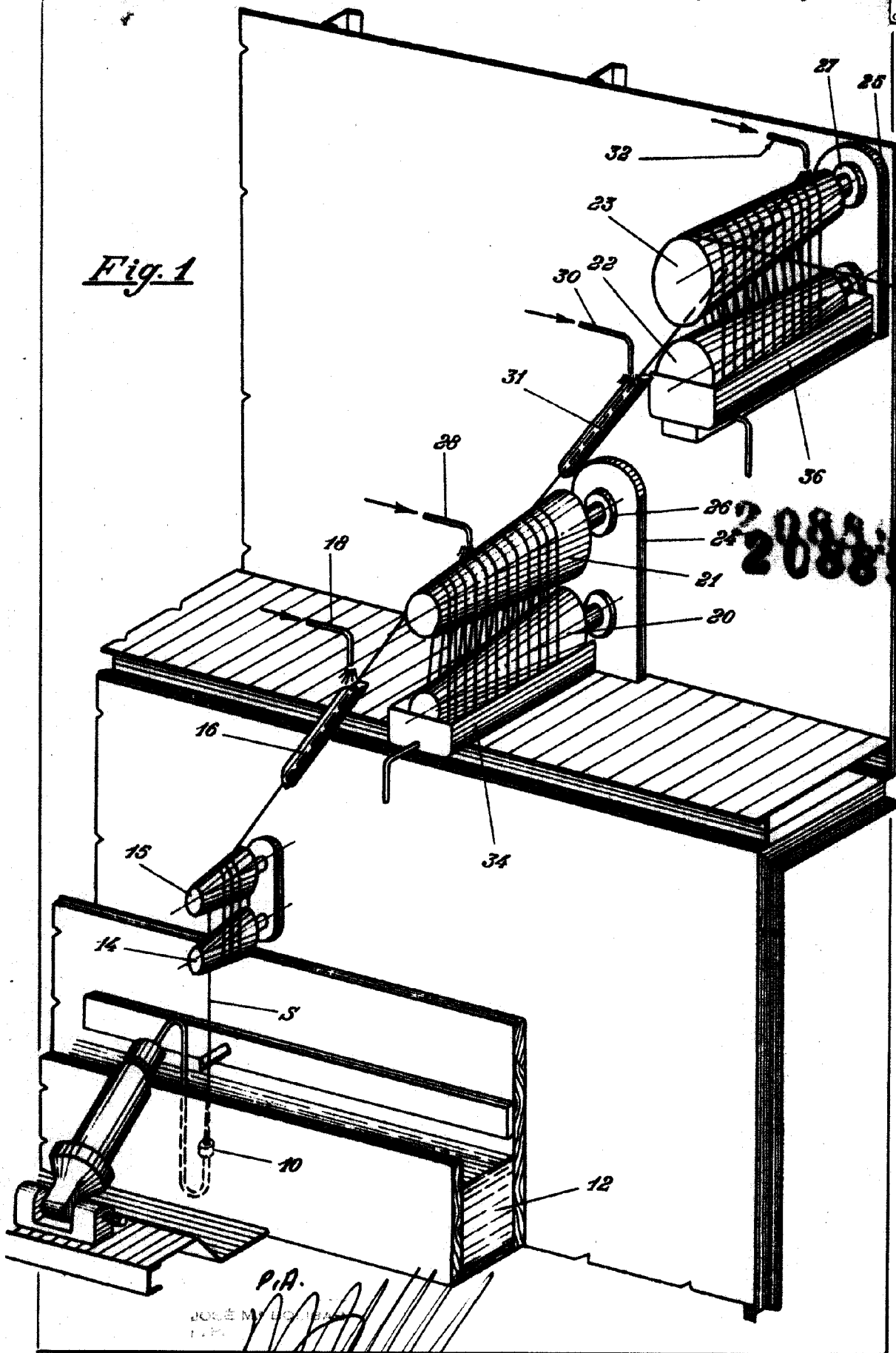
Esta memoria consta de catorce páginas, escritas por una sola cara.

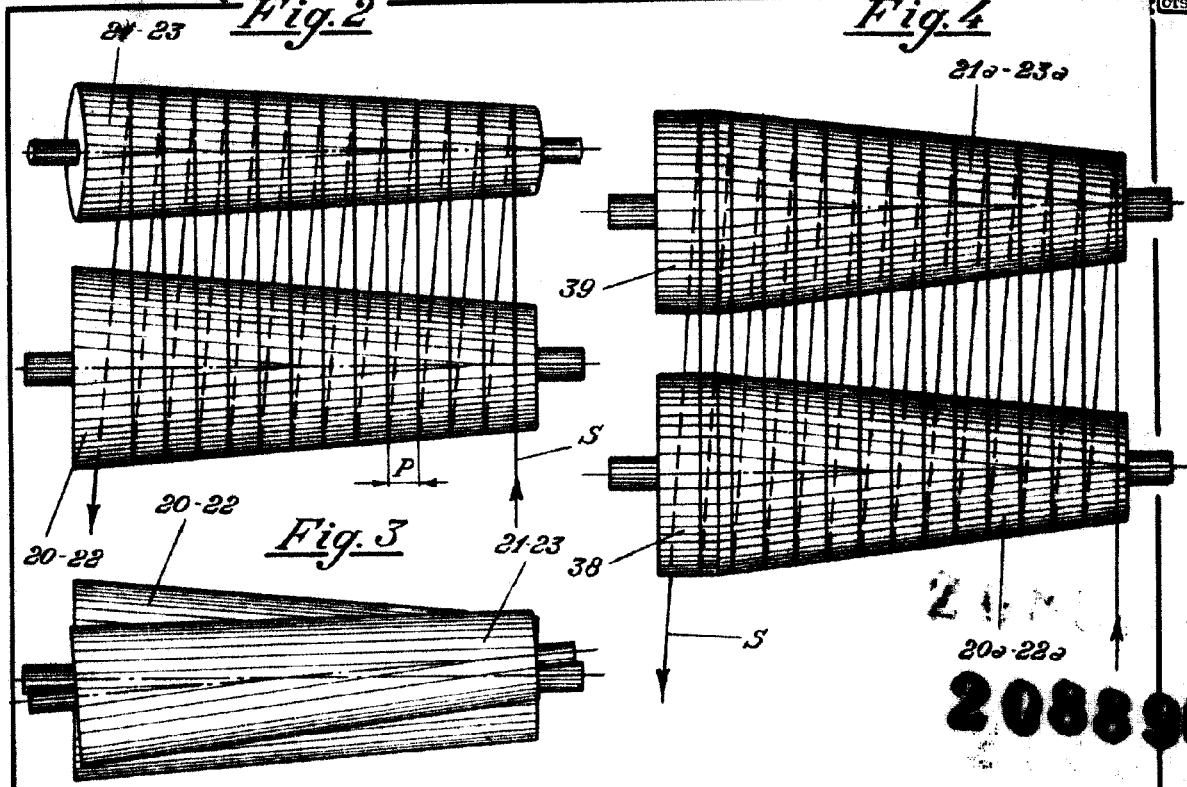
BARCELONA, 14 de Mayo de 1943

P.A.

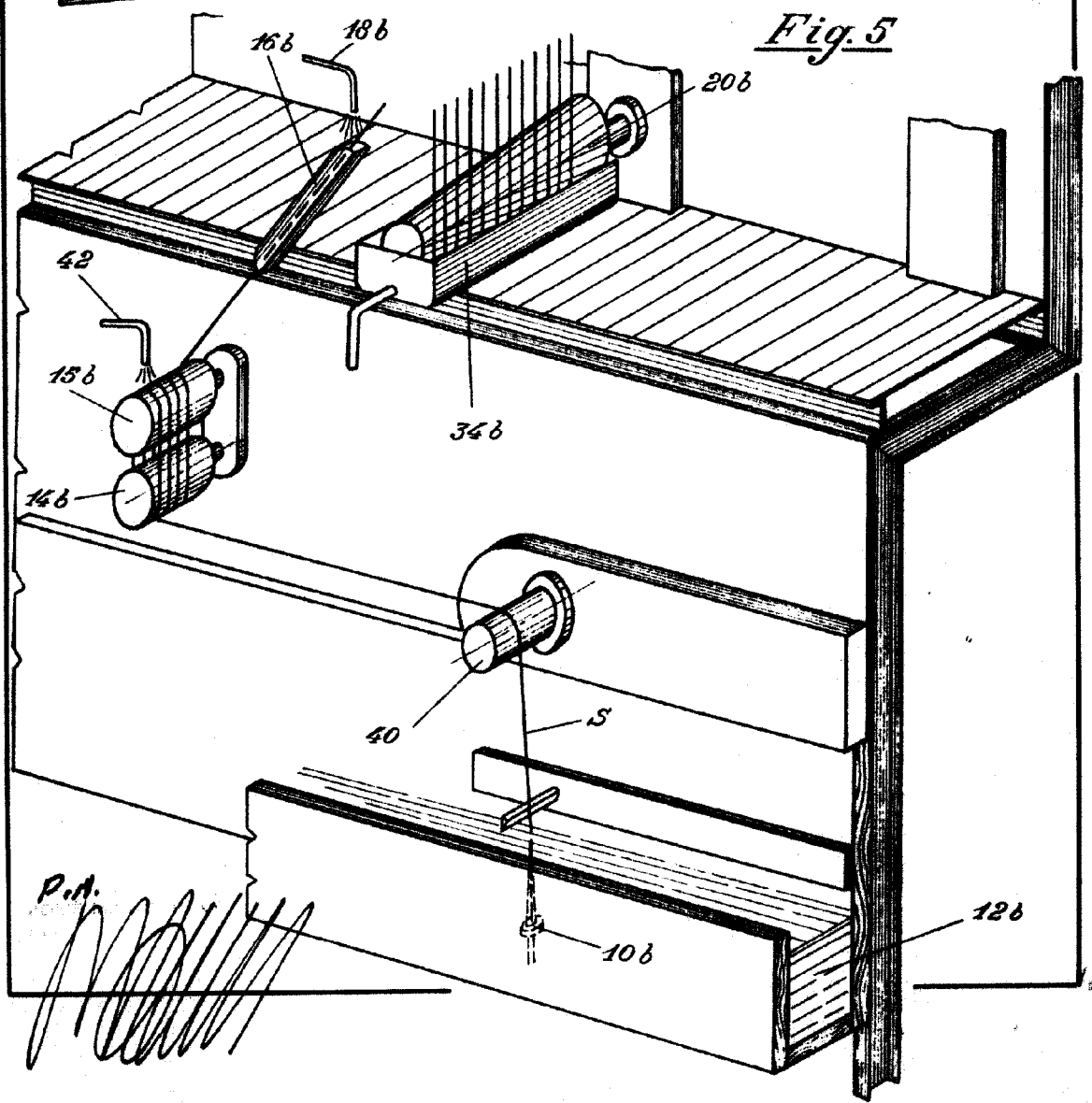


Fig. 1





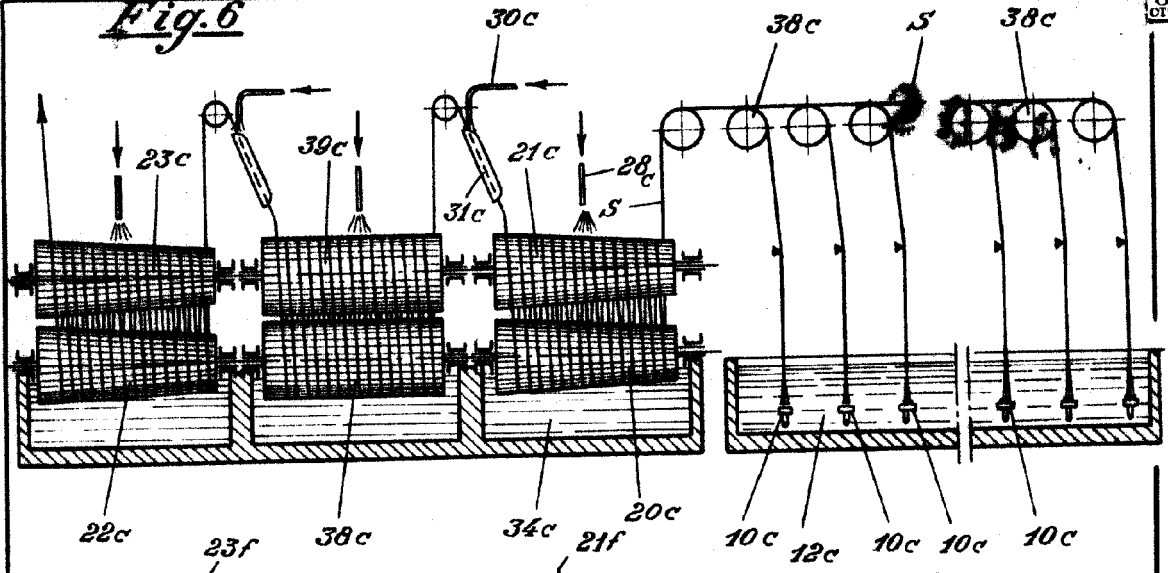
208896



P.A. [Handwritten signature]



Fig. 6



208896

Fig. 8

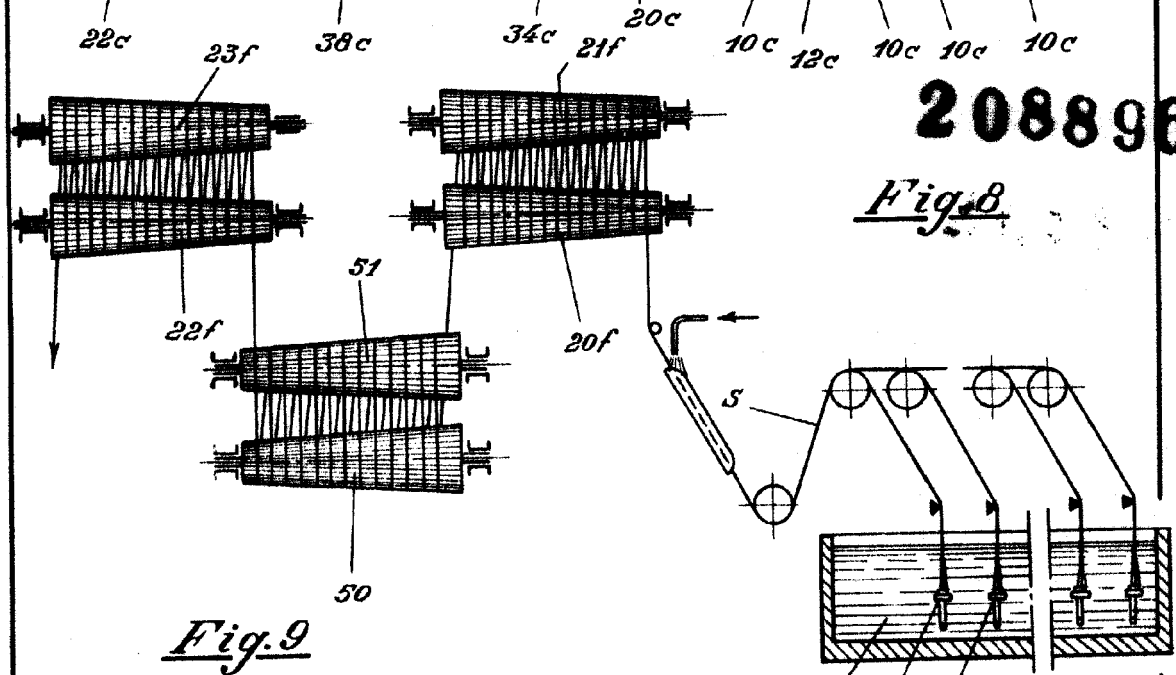


Fig. 9

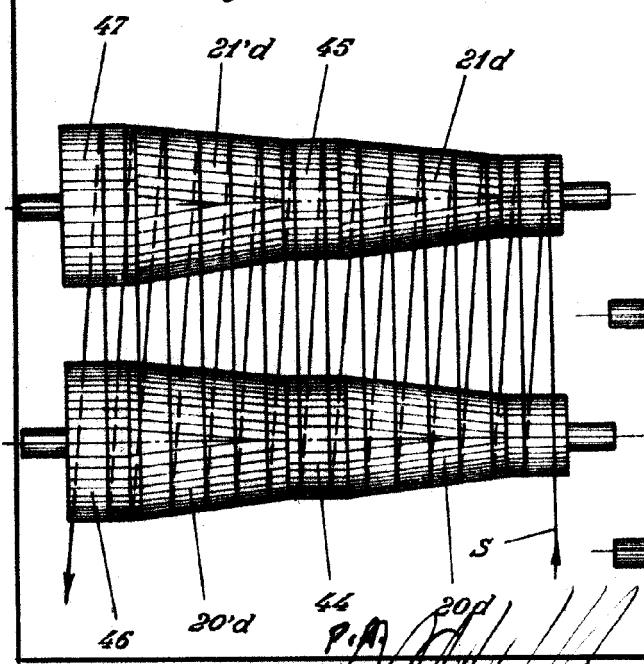
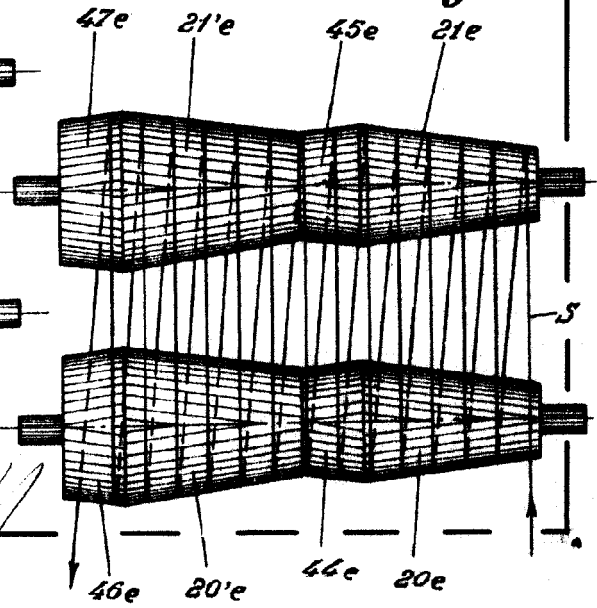


Fig. 10



95
 P.O.
 P.A.
 208896



Fig. 7

208896

