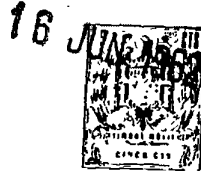


mc/

Caso LSB 114.

278587



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 Av. José Antonio Primo de Rivera, nº. 654, -

BARCELONA,

por:

" Procedimiento mejorado para la obtención de filamentos
de celulosa regenerada ".

-----:cOo:-----

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



278587

5 La presente patente se refiere a un procedimiento mejorado para la obtención de filamentos de celulosa regenerada. De una manera especial se refiere a la obtención de filamentos, fibras, hilos y cables de rayón de viscosa, de alta tenacidad.

10 Los filamentos de celulosa regenerada obtenidos según el procedimiento de la presente patente, presentan una excelente combinación de propiedades físicas que los hacen especialmente aptos para ser transformados en cables de tenacidad mejorada.

15 Según el procedimiento de esta patente, dichos filamentos de celulosa regenerada se obtienen por extrusión de una viscosa en un baño de coagulación y regeneración formado por una solución acuosa de ácido sulfúrico y de 10% a 20% en peso, de una mezcla de sulfato sódico y sulfato de zinc, siendo la relación entre el % de sulfato de zinc y el % de sulfato sódico de, al menos, 0,4. La cantidad presente de sulfato sódico es de, al menos, 1% y la de ácido sulfúrico presente, es suficiente para que la relación ácido álcali
20 esté comprendida entre 1,0 y 1,76, durante el curso de la coagulación y regeneración. El baño contiene además, un compuesto orgánico que limita, de preferencia, la relación de hinchazón del gel a un valor que no sobrepase a 0,9.

25 La relación ácido álcali se refiere al cociente de la acidez del baño de hilatura y la alcalinidad de la viscosa.

30 Para obtener los filamentos según el procedimiento de esta patente con una viscosa dada, la acidez del baño de hilatura deberá encontrarse dentro de un campo crítico. Este campo varía, evidentemente, con la alcalinidad de la vis-



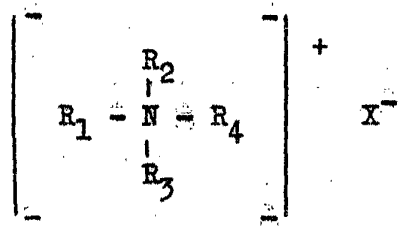
cosa. Una viscosa de gran alcalinidad exige una mayor acidez del baño y viceversa. Debido a que otros compuestos, además del hidróxido sódico, contribuyen a la alcalinidad de la viscosa, la relación acidez del baño alcalinidad de la viscosa no es constante. Se ha encontrado, sin embargo, que en la práctica, se obtiene un factor constante dividiendo la acidez del baño por la alcalinidad de la viscosa disminuída en un 1%, por ello la relación % acidez baño (% álcali viscosa-1) se considera como la relación acidez/álcali.

La alcalinidad de la viscosa se determina como sigue: se añade un exceso de solución valorada de ácido sulfúrico, después se hace hervir para eliminar el sulfuro de hidrógeno y seguidamente se valora con una solución valorada de sosa, utilizando un indicador apropiado, p.e. rojo de metilo. Por este método se determina el álcali combinado, tal como, hidróxido sódico, carbonato sódico, tritio-carbonato sódico, sulfuro sódico y xantato-celulosa de sodio.

Los compuestos orgánicos que reducen la relación hinchazón de gel, conocidos como modificadores de la coagulación, están presentes en cantidades relativamente pequeñas, de unos 0,1 a 10 milimols por 100 g. de solución, ya sea en la viscosa y/o en el primer baño. Dichos compuestos son sobradamente conocidos en la industria del rayón. Un grupo de compuestos apropiados para la práctica del procedimiento de la patente, comprende los siguientes:

A. Compuestos de amonio cuaternario de fórmula:

7853 JUN 1953



5 en la que las R representan grupos orgánicos que no contienen más de 4 átomos de carbono alifático, al menos tres de los grupos contienen únicamente átomos de carbono alifáticos y el cuarto no admite más de un radical fenilo; X representa un anión que no posee; esencialmente, ninguna actividad superficial.

B. Las monoaminas alifáticas que poseen, al menos, 4 átomos de carbono, pero no contienen ningún radical con más de 6 átomos de carbono.

10 C. Las diaminas alifáticas que contienen 2 átomos de nitrógeno amino, separados sólo por átomos de carbono y aportando un total de, al menos, 3 átomos de carbono, las diaminas antedichas poseen grupos amino enlazados a átomos de carbono alifático; los sustituyentes monovalentes sobre los átomos de nitrógeno amino son grupos alcohilo con
15 uno a seis átomos de carbono.

D. Las sales de los ácidos ditiocarbámicos sustituidos en el nitrógeno.

E. Los éteres de fórmula $RO-(CH_2-CH_2-O)_nR'$ en la que R representa un radical alcohilo o arilo; n es un número entero de 1 a 4 inclusive, y R' representa hidrógeno
20 o un radical alcohilo o arilo.

F. Los polietilén-glicoles de fórmula $HO(CH_2-CH_2-O)_nH$ en la que n representa un número entero superior a 3.

25 La relación de hinchazón del gel, es la relación de

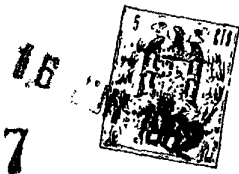


5 la hinchazón del gel de los hilos en presencia de un mo-
dificador de la coagulación, a la de un hilo hilado en
condiciones análogas sin modificador. La hinchazón del
gel se determina recogiendo muestras de los hilos (de unos
10 5 g.) sobre una devanadera o bobina. Seguidamente, se les
somete a una centrifugación durante 5 min. a 3600 r.p.m. y
a continuación se las pesa. Después de un lavado, hasta
quedar libre de ácido y de sales, se seca el hilo a 100
110°C. y se le pesa de nuevo. El peso del gel (centrifu-
gado) dividido por el peso del hilo seco, es lo que se lla-
ma hinchazón del gel. Así, si no hay reducción, la rela-
ción es de 1,0 mientras que una reducción de un 10% da una
relación igual a 0,90.

15 Los hilos y cables preparados según el procedimien-
to de la presente patente presentan propiedades excepciona-
les. Los cables presentan una tenacidad elevada en estado
acondicionado (es decir la tenacidad de un cable que ha si-
do acondicionado de forma que posea una humedad de un 12%
en peso), y presentan un valor elevado para la relación de
20 la tenacidad del cable seco al horno a la del cable acondi-
cionado, así como una mejor resistencia a la fatiga. El
aumento de la tenacidad para el producto secado al horno es
de importancia, ya que en ciertas aplicaciones, p.e. la de
cables para refuerzo de neumáticos, el cable está más cer-
ca del estado seco al horno que del estado acondicionado.
25 La relación entre las tenacidades de los cables en ambos
estados se expresa numéricamente por la relación de la te-
nacidad del producto seco al horno por la del cable acondi-
cionado.

30 El procedimiento de la presente patente permite

278587



5 trabajar a velocidades de hilatura industriales (p.e. de
45 a más de 90 m/min.) para dar un producto de calidad ex-
cepcional, ya que los procedimientos en si conocidos que
utilizan modificadores de la coagulación, exigen la reduc-
10 ción de la velocidad de hilatura a un valor inferior para
obtener un producto con una tenacidad de cableado compara-
ble. Por otra parte, permite el estirado del hilo durante
el curso de la hilatura en una medida de más de un 150%,
mientras que un estirado de un 115% es el máximo posible
15 cuando se trabaja según técnicas anteriores.

A continuación se da un ejemplo ilustrativo del
procedimiento de la patente, bien entendido que no limita
en ninguna forma dicho procedimiento.

15 Las medidas de "fatiga DB" indicadas en el ejemplo,
se han obtenido acondicionando un cable durante 48 horas a
24°C. con una humedad relativa de 54% y sujetando sus ex-
tremos mediante dos pinzas separadas 425 mm. y seguidamen-
te aplicándole una carga de 1 g. por denier del cable. Se
lleva seguidamente la temperatura del cable a 100°C. du-
20 rante una media hora, mientras se le coloca en la máquina.
Seguidamente se someten las pinzas a oscilaciones para es-
tirar el cable 3000 veces por minuto haciéndole sufrir un
alargamiento de 6 mm. El grado de fatiga del cable se ex-
presa por el número de minutos que transcurren hasta que
25 el cable cede. Otras determinaciones indicadas en el ejem-
plo, son las habituales. Para todos los componentes del
baño se expresa el contenido en porcentaje del peso total
del baño. Todos los cables preparados son del tipo de dos
cabos provistos de 4,5 vueltas/cm S. para los hilos y 4
30 vueltas Z para los filamentos.

278597



EJEMPLO.-

Se prepara una viscosa que contiene 6,25% de celulosa recuperable y 5,75% de álcali, macerada en NaOH de la manera normal y sulfurada con un 39% de sulfuro de carbono.

5 Durante el curso de la mezcla se añade una cantidad suficiente de N-metil-ciclohexil-ditiocarbamato para tener una concentración de 0,43 milimoles por 100 g. de viscosa. Se filtra la viscosa, se la degasea y se la madura hasta que su índice salino esté comprendido entre 16 a 17 y su viscosidad sea 32 "stoks". Se la hila en unos baños de hilatura de composición igual a la indicada en la tabla I.

10 A la salida de la hilera los filamentos pasan a través de un tubo de hilar dispuesto en el baño, después se les reúne en hilos y seguidamente se arrollan alrededor de una serie de rodillos de tensión y a continuación, abandonan el baño y se les dirige a una devanadera. Se somete a los hilos a una tensión suplementaria haciéndolos pasar por una segunda devanadera de mayor diámetro que la primera, pero girando a la misma velocidad. Se aplica a los hilos, sobre las dos devanaderas, una solución acuosa caliente

15 que contenga aproximadamente un 2% de ácido sulfúrico. El estiraje total entre el primer rodillo del baño y la última devanadera es de un 140%. Un 43% del estiraje total se realiza hasta la primera devanadera y un 57% entre las

20 diferentes devanaderas. A partir de la última devanadera, se introducen en potes rotativos en los que se arrollan en forma de tortas a la velocidad final de 102 m. por minuto.

25

Seguidamente se lavan los hilos, secan y encolan y se transforman en cables de manera ya conocida. Las propiedades del hilo y del cable, y otros datos habituales se dan

30 en la siguiente tabla.

16



278587

	A	B	C	D	
<u>Baño de hilatura</u>					
	H ₂ SO ₄ %	9,1	8,5	8,35	8,05
	Relación ácido/álcali....	1,92	1,79	1,76	1,70
5	ZnSO ₄ %	5,0	5,0	5,0	5,0
	Na ₂ SO ₄ %	11,6	11,6	11,6	11,6
	Sal Total..... %	16,6	16,6	16,6	16,6
	Relación ZnSO ₄ /Na ₂ SO ₄	0,43	0,43	0,43	0,43
10	Milimoles de N-metil-ciclohexilamina/100 g. de baño..... %	1,08	1,08	1,08	1,08
<u>Propiedades del hilo</u>					
	Título total (den).....	1650	1650	1682	1655
	Título filamento (den)...	1,5	1,5	1,5	1,5
15	Tenacidad, gpd, acondicionado.....	4,50	4,77	4,71	4,87
	Tenacidad, gpd, en mojado	2,90	3,06	3,10	3,29
	Tenacidad, gpd, al lazo..	3,10	3,33	3,45	3,63
20	Relación de hinchazón del gel.....	0,84	0,83	0,84	0,82
<u>Propiedades de los cables</u>					
	Título (den).....	3728	3732	3795	3736
	Tenacidad gpd, acondicionado.....	3,40	3,45	3,71	3,78
25	Tenacidad, gpd, seco al horno.....	3,80	4,27	4,38	4,53
	Relación seco al horno/acondicionado.....	1,12	1,23	1,18	1,20
	Fatiga D.B. min.....	200	-	-	430

30 Del examen de las cifras de la tabla se deduce que, la sola diferencia en las composiciones de los baños de hi-

278587



latura entre los ensayos A, B, C y D es el contenido en ácido sulfúrico, que, a su vez, hace variar la relación ácido/álcali. En los ensayos A y B, el valor de la relación ácido/álcali está dentro de los límites del procedimiento de esta patente. Si se consideran las propiedades de los cables de las pruebas A, B, C y D, se comprueba que la disminución del valor de la relación ácido/álcali a un valor cayendo dentro los límites del procedimiento de la presente patente, comporta un destacado aumento de la tenacidad del cable acondicionado, y, particularmente, la tenacidad del cable seco al horno. Las cifras muestran que los cables obtenidos según el procedimiento de la presente patente, presentan un valor excepcionalmente elevado para la relación de la tenacidad del cable seco al horno a la tenacidad del cable acondicionado, además de una tenacidad elevada del cable acondicionado.

La mejora inesperada e imprevisible destacada en los ensayos C y D es asimismo más aparente considerando las pruebas E, F y G presentadas en la tabla siguiente:

	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>
<u>Baño de hilatura</u>			
H ₂ SO ₄ %	9,1	8,5	8,0
Relación ácido/álcali.....	1,91	1,79	1,69
ZnSO ₄ %	9,5	9,5	9,5
Na ₂ SO ₄ %	17,5	17,5	17,5
Sal total..... %	27,0	27,0	27,0
Relación ZnSO ₄ /Na ₂ SO ₄	0,70	0,70	0,70
N-metilciclohexilamina, milimols/100 g. de baño.....	0,21	0,21	0,21

72587

16



	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>
<u>Propiedades de los cables</u>			
Tenacidad acondicionada g.p.d.	3,57	3,53	3,43
Tenacidad seca al horno g.p.d.	3,96	3,85	3,69
5 Fatiga D.B. mn.	332	328	231
Relación seco al horno/acondi- cionado.....	1,12	1,09	1,08
Marcha del proceso.....	Fácil	Poco fácil	Difícil

10 En cada una de estas pruebas, el contenido total en sal del baño de hilatura es elevado y fuera de los límites dados para la práctica del procedimiento de esta patente. Todas las demás condiciones referentes al baño de hilatura se mantienen constantes como ya se ha indicado.

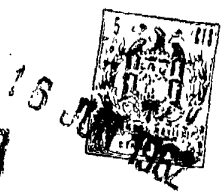
15 La preparación de la viscosa y su hilatura se llevan a término al igual que los ensayos precedentes. Se emplea un 41% de sulfuro carbono, en la fase de formación del xantato se añade suficiente N-metilciclohexilditiocarbamato para lograr una concentración de 0,33 milimols por 100 g. de viscosa. El título total del hilo es de 1650 den. y

20 el de los filamentos de 2,3 den. El hilo se estira un 110% durante el curso de su hilatura, siendo imposible un estiraje notablemente superior. El contenido en ácido sulfúrico del baño de hilar y en consecuencia la relación

25 ácido/álcali es la sola variable en estas pruebas. Así, comparando las tenacidades al estado acondicionado y al estado seco al horno y también la relación de las tenacidades antedichas, se nota que se produce una disminución de las propiedades de los cables cuando se utiliza un con-

30 tenido salino elevado.

278587



Además de una disminución de las propiedades de los cables, decrece la facilidad de comportamiento del procedimiento descrito cuando el factor ácido/álcali disminuye, al trabajar con un baño de elevado contenido salino. El comportamiento se juzga por el número de roturas de hilos, el número de filamentos anudados en las devanaderas o rodillos en el baño y el número de filamentos rotos en el hilo.

Como ya se ha indicado precedentemente los filamentos de celulosa regenerada según la presente patente se preparan por extrusión de una viscosa en un baño de coagulación y regeneración formado por una solución acuosa de ácido sulfúrico y de 10 a 20% en peso, sobre el peso del baño, de una mezcla de sulfato de sodio y sulfato de zinc, la relación de la cantidad de sulfato de zinc a la cantidad de sulfato de sodio tiene un valor de, al menos, 0,4 y la cantidad de sulfato sódico presente es de, al menos 1%; la cantidad de ácido sulfúrico es suficiente para que la relación ácido/álcali tenga un valor comprendido entre 1,0 y 1,76; el baño contiene además, un compuesto orgánico que, preferiblemente, limita la relación de hinchazón del gel del hilo formado a un valor que no sobrepasa a 0,9. El procedimiento permite:

- 1º. Un estiraje durante la hilatura, mayor que los empleados en los procesos ya conocidos (que conduce a tenacidades superiores de los hilos y de los cables).
- 2º. Una débil hinchazón primaria de gel (contribuye a un grado excelente de resistencia a la fatiga).
- 3º. Un valor elevado para la relación de la tenacidad al

278587



estado seco al horno, a la tenacidad al estado acondicionado, y

4^a Propiedades excepcionalmente buenas a velocidades de hilar compatibles con las operaciones industriales.

5 Los filamentos obtenidos, según se ha descrito, se componen de, al menos, un 75% de piel.

La viscosa empleada en el procedimiento de la presente patente se prepara de la manera habitual, utilizando un álcalicelulosa preparada macerando hojas de pasta de madera o pulpa de "linters" de algodón en una solución de sosa caústica. Una vez se ha eliminado el exceso de álcali mediante compresión de las hojas saturadas, se desmenuza el álcalicelulosa resultante y se la deja madurar hasta alcanzar la viscosidad deseada. Seguidamente se lleva el álcalicelulosa a una tambora rotativa para la formación del xantato.

El álcalicelulosa puede transformarse totalmente en xantato en la tambora o parcialmente en la tambora y parcialmente en el mezclador de viscosa. La partición de la formación del xantato, de forma que una parte se efectúe en la tambora y el resto se realice añadiendo sulfuro de carbono en el mezclador de viscosa, es en si ya conocida. En el proceso habitual o en el proceso con partición de la formación del xantato, se utiliza al menos, un 30%, preferiblemente un 35%, de sulfuro de carbono.

El álcalicelulosa transformada en xantato o parcialmente transformada en xantato se traslada a una caldera en la que se mezcla con una cantidad determinada de una solución acuosa diluída de sosa. Dicha cantidad es suficiente para dar una solución final de viscosa que contenga



de 4 - 9% de celulosa recuperable y de 4 - 8% de álcali total, calculado en forma de hidróxido sódico. Preferiblemente la composición de la viscosa se mantiene dentro los límites: 5 - 7% de celulosa recuperable y 5 - 6,5% de álcali.

5

Si debe añadirse un agente modificador de la coagulación de la viscosa, se le añade preferiblemente a la solución acuosa de hidróxido sódico de la caldera de mezcla, antes de añadir el xantato. Evidentemente, el agente modificador puede añadirse en otras fases del proceso.

10

Si se emplea una amina, operando con transformación en xantato en dos tiempos, es decir, añadiendo una parte de CS_2 al mezclador, el agente modificador se añade preferiblemente antes de la adición del CS_2 al mezclador. La cantidad necesaria de agentes modificadores para obtener unas propiedades óptimas para el hilo y cable, variará según el agente modificador utilizado y las condiciones de trabajo. Son necesarios al menos 0,1 milimoles/100 g. y, generalmente, a lo más 10 milimoles/100 g. de solución.

15

Si el agente modificador es eficaz, ya sea en la viscosa o en el baño de hilar, como en el caso de las aminas, ditiocarbamatos y compuestos de amonio cuaternarios, la cantidad de agente modificador debe ajustarse en relación a la cantidad de baño para dar el efecto deseado.

20

La concentración aproximada necesaria de agente modificador, puede determinarse midiendo la hinchazón del gel para un cierto número de valores de la concentración en agente modificador. La cantidad necesaria de agente modificador para lograr justamente la hinchazón mínima de gel, es la cantidad aproximadamente necesaria. Otros ajustes pue-

25

30

278587



den realizarse si es necesario para alcanzar un nivel óptimo de propiedades y de funcionamiento. Si se emplea un éter o un polietilenglicol, el compuesto debe añadirse a la viscosa, dado que estos compuestos no influyen de forma apreciable a la coagulación si se les añade al baño.

5

La solución de viscosa, se filtra, se desgasea y se deja madurar a una temperatura de unos 18°C., para obtener el índice de sal deseado. Sin embargo es preferible restringir la maduración e hilar la viscosa en estado verde o no madurado o parcialmente madurado.

10

Antes de su hilatura la viscosa puede calentarse gracias a un pequeño cambiador de calor al baño de aceite, dispuesto entre la bomba de hilar y la hilera. Puede realizarse el calentamiento por otros procedimientos, como p.e. el vapor, agua caliente o el mismo baño de coagulación, o disponiendo un elemento de caldeo eléctrico sobre la conducción de alimentación de la viscosa.

15

La viscosa se hila en un baño de coagulación y regeneración mantenido a una temperatura superior a 40°C., preferiblemente superior a 50°C. y que contenga de 10 - 20% en peso de una mezcla de sulfato sódico y sulfato de zinc, siendo la relación entre los por ciento de sulfato de zinc y sulfato sódico de al menos 0,4 y el % de sulfato de zinc de, al menos, 1%.

20

La cantidad presente de ácido sulfúrico es la suficiente para conseguir un factor ácido-álcali de 1,0 a 1,76. El intervalo preferido para la cantidad de sulfato sódico es de 6 a 12%. Aunque teóricamente el sulfato sódico no es un reactivo esencial del baño, es imposible, desde el punto de vista práctico, trabajar en ausencia de este

25

30



17 1337

5 compuesto, dado que se forma en cantidad considerable por reacción del álcali de la viscosa con el ácido sulfúrico del baño; preferiblemente el factor ácido/álcali debe tener un valor comprendido en el intervalo de 1.20 a 1.76, dado que a niveles inferiores, es difícil encontrar las condiciones de marcha convenientes para el procedimiento.

10 Después de la extrusión, los filamentos pasan preferiblemente a través de un tubo de hilar, como p.e. el descrito en la patente nº. 226.604 de la demandante. Los filamentos recorren de 75 a 375 cm. en el primer baño en donde son exprimidos en una pequeña superficie mediante un dispositivo de rodillos múltiples. Los rodillos se diseñan habitualmente de manera que se aplique una tensión al hilo con aumento progresivo, mientras los hilos están aún en estado plástico. El procedimiento preferido consiste en aplicar una parte del estiraje en un baño secundario formado de agua caliente, de una solución ácida caliente o de un primer baño diluido, caliente, a una temp. de 50 a 100°C. Ello se realiza preferiblemente en el proceso de hilatura en pote disponiendo el 2º baño entre dos rodillos o aspes impulsados por un motor; también puede realizarse aplicando el 2º baño sobre el hilo, cuando pasa sobre el aspe. El hilo pasa luego del último rodillo a un pote rotativo donde se arrolla en forma de torta a la velocidad de 20 a 180 m/min. Si el hilo se recibe sobre una bobina, pueden utilizarse aspes como las ya descritos. No obstante, el método más corriente en la hilatura en bobinas, es conducir el hilo desde el 1er baño al 2º baño, en donde se le estira mediante un rodillo tensor. El hilo se conduce del 2º baño a la bobina en donde se le arrolla a

15

20

25

30

27° 507



velocidades de 20 a 180 m/min.

5 Habitualmente se aplica un estiraje total de un 100% o más, para los hilos de alta tenacidad. En los procesos en los que se emplean aspes para aplicar un estiraje en un 2º baño, se prefieren estirajes de 120 a 160%. En la hilatura en bobinas en donde el estiraje se aplica en el 2º baño, sin aspe, el grado de estiraje está limitado por el establecimiento de la tensión sobre el hilo cuando se aumenta el estiraje, dado que, para una tensión muy elevada, la bobina puede romperse cuando el hilo se encoge después de la purificación ulterior. Los estirajes en este último caso son mantenidos preferiblemente a un valor del orden de 80 a 115%. Evidentemente pueden realizarse estirajes inferiores en los procesos para obtener hilos textiles.

10

15

Las tortas o las bobinas una vez lavadas para eliminar las impurezas, se secan según el procedimiento corriente. En el caso de hilo de tenacidad elevada, el hilo se somete corrientemente a operaciones de encolaje, que consisten en estirar el hilo mientras está sumergido en un baño caliente que contenga un agente lubricante conveniente, seguidamente se le seca sin relajación. Además de los procesos de hilatura en pote o en bobinas, puede trabajarse según el proceso continuo para fabricar los hilos de celulosa regenerada según el procedimiento de esta patente.

20

25

Los filamentos obtenidos según el procedimiento de esta patente, cuando se les transforma en cables, éstos poseen tenacidades excepcionales. Dichos filamentos no solo son particularmente adecuados para ser empleados

30



como cables en el refuerzo de neumáticos, debido a la combinación única de propiedades longitudinales y transversales, sinó que también poseen cualidades excepcionales para ser empleados en la industria textil.

5

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

Se reivindica como objeto de esta patente:

10 1.- Procedimiento mejorado para la obtención de filamentos de celulosa regenerada caracterizado por hilar una viscosa en un baño que contenga de 10 a 20% en peso de una mezola de sulfato sódico y sulfato de zinc, siendo, al menos, igual a 0,4 la relación de la cantidad de sulfato de zinc a la de sulfato sódico, y siendo la cantidad de ácido sulfúrico presente suficiente para dar una relación ácido/álcali de 1,0 a 1,76.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación precedente caracterizado en que se limita la relación de hinchazón del gel a un valor inferior a 0,9, mediante la adición de un agente modificador a la viscosa y/o al baño de coagulación.

20 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el contenido de sulfato sódico del baño está comprendido entre 6 y 12%.

25 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el factor ácido/álcali está comprendido entre 1,20 y 1,76.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la extrusión de la viscosa se efectúa a una temperatura de, al menos, 40°C.

278587

16 JUN



6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por aplicar a los filamentos un estiraje total de al menos 100%.

5 7.- Procedimiento mejorado para la obtención de filamentos de celulosa regenerada.

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

BARCELONA, 16 JUN 1962

P. A.

JOSE M. REBOLLO
P. A.