

SECCION TECNICA
REGISTRACION I. P. C.
CLASE D02
SUBCLASE G

P.- 41.287

365749

M 2444.54

Memoria descriptiva



21 MAY 1969

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de ITT RAYONIER INCORPORATED

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 161 East 42nd Street, Nueva York, N.Y.,
Estados Unidos de América.

por: " UN PROCEDIMIENTO DE FABRICAR FIBRAS DE RAYON DE GRAN
RIZADO Y GRAN TENACIDAD" (Clase Internacional D02g)



Fundamentos de la invención

En la solicitud de patente a fin de H.D. Stevens, R.B. Kennedy y G.C. Daul, EE.UU. nº. 473.321, presentada el 20 de julio de 1965, se describe un procedimiento para fabricar fibras de rayón de gran módulo en húmedo y gran tenacidad en húmedo y acondicionadas. En este procedimiento ya conocido, una solución de hilatura de viscosa modificada preparada, por ejemplo, por el procedimiento descrito en la patente de EE.UU. 2.942.931 se hila a una temperatura comprendida entre 18º y 30º C metiéndola en un baño de coagulación para la hilatura. Los filamentos coagulados y parcialmente regenerados que salen del baño de hilatura son estirados y completamente regenerados con arreglo al procedimiento descrito en la solicitud. Los filamentos y fibras cortadas de rayón fabricados por el procedimiento indicado tienen una tenacidad media, en estado de acondicionados, de unos 6 gramos por denier (g/d), una tenacidad en húmedo comprendida en el intervalo de 3 a 5 g/d y un módulo en húmedo (tenacidad en húmedo al 5% de alargamiento) de aproximadamente 1 a 2 g/d. Las fibras tienen menos de 4 ondulaciones de rizado por centímetro y, por consiguiente, pueden considerarse como producto de fibras esencialmente no rizadas.

En el transcurso de sucesivos trabajos experimentales relacionados con el procedimiento indicado, se ha hecho el sorprendente descubrimiento de que es posible fabricar un producto de filamentos o fibras cortadas de rayón de tipo abultado o shuecado y como lanoso efectuando ciertos cambios críticos en las etapas finales del procedimiento de hilatura. Como consecuencia de esta investiga-



ción en las variables del proceso que condujeron a este descubrimiento totalmente inesperado, se ha desarrollado, conforme a la presente invención, un nuevo procedimiento para fabricar filamentos y fibras cortadas de rayón que se caracterizan por un número extremadamente elevado de ondulaciones por centímetro, así como por una gran tenacidad en húmedo y acondicionado y un elevado módulo en húmedo.

Resumen de la invención

El procedimiento de fabricar fibras de rayón de gran rizado y gran tenacidad del presente invento comprende el recurso de hilar una solución de hilatura de viscosa modificada, del tipo descrito en la mencionada solicitud de patente EE.UU. nº. 473.321 en un baño de coagulación para la hilatura a una temperatura de 18° a 40°C hasta obtener filamentos de viscosa coagulados e incompletamente regenerados. Los filamentos de viscosa coagulados se sacan del baño de hilar y, siendo todavía esencialmente solubles en solución de álcali diluido, los filamentos se estiran de aproximadamente 150 a 180% en longitud, y al propio tiempo se tratan con un baño de ácido diluido caliente para regenerar parcialmente los filamentos. La tensión de los filamentos se relaja entonces aproximadamente un 20 a 60%, mientras los filamentos están regenerados menos del 50%, y los filamentos relajados y parcialmente regenerados se tratan con una solución alcalina de un pH aproximadamente comprendido entre 7,5 y 10. La solución alcalina es, con ventaja, una solución acuosa diluida de carbonato de sodio, bicarbonato de sodio o hidró



xido sódico, y los filamentos se tratan con esta solución durante un período y a una temperatura que oscilan aproximadamente entre unos 2 segundos a alrededor de 100°C y unos 120 segundos a alrededor de 20°C. Al terminarse el tratamiento alcalino, se completa la regeneración de los filamentos por procedimientos usuales, sin estirado adicional. Los filamentos completamente regenerados se desulfuran y lavan luego de manera usual. Como variante, al terminarse el tratamiento ácido de regeneración, los filamentos pueden cortarse o convertirse en fibras cortadas, que son las que luego se desulfuran y acaban del modo descrito. Los filamentos o fibras cortadas resultantes tienen entre 12 y 60, y normalmente más de 16 ondulaciones por centímetro en el estado de relajados, una tenacidad en condicionado mayor de 3 g/d, una tenacidad en húmedo mayor de 2 g/d y un módulo en húmedo mayor de 0,4 g/d.

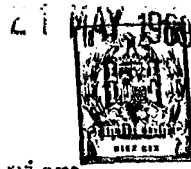
Breve descripción de los dibujos

El procedimiento perfeccionado para fabricar filamentos y fibras cortadas de gran rizado de la presente invención se comprenderá mejor por la descripción que sigue con referencia a los dibujos adjuntos, en los cuales:

- la figura 1 es un diagrama de circulación de las etapas del tratamiento; y
- la figura 2 es una representación esquemática de una forma ventajosa de realización del procedimiento de la presente invención.

Descripción detallada

La preparación de una solución de hilatura de visco



sa modificada apropiada para el uso en el procedinient
de la presente invención se ha descrito en la patente de
EE.UU. 2.942.931, concedida el 28 de junio de 1960. Tales
soluciones de hilatura se forman a partir de xantato de
5 celulosa de longitud de cadena relativamente uniforme, de
un grado de polimerización (DP) de alrededor de 450 a 800
y una relación adecuadamente equilibrada de celulosa e
hidróxido sódico, aproximadamente comprendida entre 4 y
9% en la viscosa. En el procedimiento patentado, la celu
10 sa química purificada, tal como las pulpas kraft al sulfi
to blanqueadas y prehidrolizadas, así como los linteres
de algodón de un DP uniforme y relativamente elevado, se
convierten en álcali celulosa y xantogenan con 32 a 44%
de bisulfuro de carbono a temperaturas de ambiente, de ma
15 nera usual. La viscosa se modifica con un modificador mix
to que comprende de 1,0 a 3,0% de dimetilamina (DMA) y de
0,5 a 2,5% de polietilenglicol (PEG), calculados en peso
de la celulosa, que puede añadirse en cualquier etapa an
terior a la hilatura, pero de preferencia durante la mez
20 cla. El índice salino (NaCl) de la solución de hilatura
ha de estar comprendido aproximadamente entre 7 y 12 (y
de preferencia entre 9 y 11), y el número de gamma entre
alrededor de 40 y 90 (de preferencia, entre 50 y 80), efec
tuándose la hilatura con maduración seleccionada para al
25 canzar este nivel. El índice salino y el número de gamma,
naturalmente, dependen de la cantidad de bisulfuro de car
bono usada en la xantogenación, de la temperatura de reac
ción y de la cantidad de maduración usada.

La viscosidad de la solución de hilatura no es par
30 ticularmente crítica, y puede oscilar aproximadamente en



tre alrededor de 20 y 150 segundos de caída de bola (bfs). Es éste un nivel de viscosidad ventajoso, ya que la mayoría de los procedimientos de hilar filamentos de gran tenacidad exigen elevadas viscosidades (hasta de unos 400 bfs) para producir fibras de gran tenacidad satisfactorias. La viscosidad elevada dificulta el control preciso del número de denier, e interfiere o perturba a los procedimientos de mezcla, desaireación, filtración, bombeo o hilatura.

5
10
15
20
25
30

Con referencia ahora a las figs. 1 y 2 de los dibujos, en el procedimiento de la invención, la solución de viscosa modificada se hila a una temperatura aproximada de 18° a unos 40°C (preferiblemente, de 20 a 25°C), a través de una hilera 10 y hasta un baño de hilar de tipo coagulante 11 que ventajosamente contiene de 0,2 a 2,0% en peso de formaldehído, de 1 a 6% en peso de sulfato de cinc, de 3 a 9% en peso de ácido sulfúrico y de 7 a 18% en peso de sulfato sódico. El baño de hilar 11 puede contener también de 0,01 a 0,1% en peso de un agente tensoactivo o lubricante tal como el cloruro de lauril piridinio (lpc) y similares. El recorrido de los filamentos 12 por este baño ha de limitarse al necesario para desarrollar una tenacidad suficiente para el estirado, a fin de evitar toda regeneración innecesaria. Si bien la distancia desde la tobera 10 a la salida de los filamentos 12 del baño 11 puede variar de unos 10 cm a 122 cm o más, según la velocidad de hilatura, la temperatura del baño de hilar, la composición de la viscosa, etc., usualmente bastará con menos de 64 cm. Según se ha descubierto, por ejemplo, una inmersión de 30 a 38 cm resulta óptima para velo



idades de hilatura de 25 a 30 metros por minuto en el bobinado o la recogida.

5 Casi inmediatamente después de abandonar el baño de hilar 11 coagulante, los filamentos 12 en grupo o estopa, y cuando todavía son completamente solubles en álcali diluido, se estiran de un 150 a un 280% aproximadamente. Para efectuar este estirado, la estopa retirada del baño se hace pasar en torno a una polea de guía 13 accionada por fuerza motriz, y luego varias veces en torno a una o 10 más poleas 14 movidas a una velocidad suficientemente mayor para obtener el estirado continuo deseado. Al mismo tiempo, los filamentos (o estopa) 12 estirados y coagulados se regeneran parcialmente tratándolos con un baño ácido diluido caliente, preferiblemente haciendo pasar los filamentos por una solución acuosa 15 que contiene aproximadamente de 0,5 a 5, y de preferencia alrededor de 3% en peso de H_2SO_4 , y se mantiene a una temperatura aproximadamente comprendida entre 60° y 100°C, y de preferencia de alrededor de 80°C.

15 Inmediatamente a continuación del estirado y del tratamiento con ácido caliente, los filamentos incompletamente regenerados se relajan y, relajados y menos de un 50% regenerados, se tratan con una solución alcalina diluida, a un pH aproximadamente comprendido entre 7,5 y 20 10. Así, como se ilustra en la fig. 2, los filamentos o estopa 12 se lavan ventajosamente en la polea o carrete 14 por medio de las cabezas de atomización (o dispositivo equivalente) 16. Los filamentos lavados se tratan en el carrete 17 con una solución alcalina diluida, por medio de las cabezas de atomización 18, estando los filamen



tos menos del 50% regenerados (es decir, siendo todavía soluble en sosa cáustica diluida por lo menos un 50% del material coagulado), y teniendo la solución alcalina un pH aproximadamente comprendido entre 7,5 y 10. Los filamentos tratados 12 se dejan relajar de alrededor de 20 a 60% entre los carretes 17 y 19, reduciendo la velocidad del carrete 19 respecto a la de los carretes 14 y 17. Como resultado de este tratamiento alcalino de los filamentos relajados y parcialmente regenerados, se obtienen como producto filamentos o fibras cortadas altamente rizadas.

Como se ha hecho notar, el pH de la solución alcalina está aproximadamente comprendido entre 7,5 y 10, y ventajosamente comprende una solución acuosa diluida de carbonato de sodio o bicarbonato sódico, o una solución muy débil de hidróxido sódico. La relación existente entre el tiempo y la temperatura del tratamiento alcalino es importante, siendo el intervalo usual el comprendido aproximadamente entre 2 segundos a unos 100°C y alrededor de 120 segundos a la temperatura ambiente (de 20°C a 30°C, aproximadamente). La frecuencia y la amplitud del rizado producido pueden controlarse mediante el recurso de regular la magnitud de estirado, el pH y la temperatura de la solución alcalina de tratamiento, así como la proporción o cantidad de relajación permitida. Para obtener fibras de gran rizado y gran tenacidad, de 12 a 60 ondulaciones por centímetro y con una tenacidad de 3 a 5 g/d en estado de acondicionadas, el requisito esencial es que las mencionadas variables del tratamiento estén comprendidas entre los límites que aquí se exponen.



A continuación de la etapa de tratamiento alcalino de este procedimiento, los filamentos altamente rizados son completamente regenerados, desulfurados, lavados, aca
bados y secados por métodos usuales. Así, con referencia
5 de nuevo a la fig. 2, los filamentos altamente rizados se tratan en el carrete 19 con una solución ácida regenerante (por ejemplo, una solución diluida caliente de ácido sulfúrico) y luego con agua de lavado por medio de las cabezas de atomización 20; se tratan en el carrete 21 con
10 una solución desulfurante (por ejemplo, una solución diluida caliente de sulfuro de sodio) y luego con agua de lavado por medio de las cabezas de atomización 22; y se tratan en el carrete 23 con una solución ácida (por ejemplo, ácido sulfúrico diluido frío) y luego con agua de lavado
15 por medio de las cabezas de atomización 24. Los filamentos regenerados y desulfurados se tratan luego con una solución de acabado 25, se secan en el carrete de secado 26 y se recogen en la bobina 27.

Como alternativa, los filamentos rizados, después
20 de la regeneración, pueden cortarse y convertirse en fibras cortadas, las cuales se pueden luego desulfurar, lavar, acabar y secar de la manera usual. Así, con referencia de nuevo a la fig. 2, los filamentos rizados y sin acabar se tratan en el carrete 19 con una solución regenerante ácida caliente, y se lavan en los carretes 21 y 23
25 con agua caliente. Los filamentos lavados y regenerados se cortan y convierten luego en fibras cortadas de unos cuatro centímetros de longitud, las cuales son desulfuradas, neutralizadas, lavadas y acabadas de manera entera
30 mente usual.



Los filamentos y fibras cortadas de rayón, de gran rizado y gran tenacidad, producidas por el nuevo procedimiento de esta invención tienen más de 12 ondulaciones de rizado por centímetro, y de ordinario presentan de 16 a 60 ondulaciones por centímetro. La tenacidad de las fibras acondicionadas es mayor de 3 g/d, y normalmente está comprendida entre 3 y 5 g/d. La tenacidad en húmedo de las fibras es mayor de 2 g/d, y el módulo en húmedo (tenacidad en húmedo al 5% de alargamiento) es mayor de 0,4 g/d. Entre otras características físicas se incluye la de retención de agua, de alrededor de 80 a 150%, en la fibra rizada (en contraste con una retención de agua de alrededor de 65% en la fibra sin rizar producida por el procedimiento de la solicitud de patente americana afín nº. 473.321); y la sección recta de la fibra tiene un perfil de múltiples protuberancias.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos, pero no limitativos de la puesta en práctica de la presente invención.

Ejemplo 1

Partiendo de una celulosa química tratada con álcali se obtuvo una solución de hilatura de viscosa modificada que contenía 6% de celulosa y 6% de NaOH, usando 38% de CS₂. La viscosa contenía 2,3% de dimetilamina y 1,7% de polietilenglicol (ambos basados en el peso de celulosa). El azufre en xantato era 1,5%, la viscosidad de 40 segundos de caída de bola (bfs) y el índice de NaCl de 12.

Con referencia ahora a la fig. 2, la viscosa bien desaireada se hizo pasar a presión (por extrusión), a tra



vés de una hilera 10 de 3000 agujeros de 0,064 mm de diámetro cada uno, a un baño de hilar 11 que contenía 6,5% de H_2SO_4 , 10% de Na_2SO_4 y 2,5% de $ZnSO_4$, a una temperatura de 25°C. La estopa 12 coagulada se hizo pasar en torno a una polea de guía 13 y se condujo a través de un baño ácido secundario 15 caliente hasta un carrete de lavado 14, sobre el cual se hizo dar varias vueltas para prevenir el deslizamiento.

Antes de pasar por el baño ácido secundario 15 caliente, la fibra de viscosa coagulada era soluble prácticamente por completo en un álcali diluido, tal como NaOH al 1%. El baño ácido secundario contenía alrededor de 3,5% de H_2SO_4 y residuos de sales arrastradas desde el baño primario 11. Se mantuvo a 85°-100°C, la velocidad de hilatura era de unos 25 metros por minuto (m/min), y el estirado entre la primera polea de guía 13 y el primer carrete de lavado 14 fue de 260%.

Una muestra de estopa cortada y retirada del primer carrete 14, era todavía soluble en alrededor de 70% en sosa cáustica diluida, demostrando a este punto una regeneración incompleta.

Al segundo carrete de lavado 17 se le aplicó una solución en agua de 0,5% de bicarbonato sódico, a 50°C, y la estopa se dejó relajar aproximadamente un 30% entre los carretes de lavado 17 y 19. Esto se efectuó reduciendo la velocidad del carrete de lavado 19 respecto a la del carrete 17.

Al carrete de lavado 19 se le aplicó ácido diluido caliente, y al carrete de lavado 21 y al 23 se les aplicó agua caliente.



La estopa fue recogida en húmedo, cortada en fibras de aproximadamente 4 cm de longitud, desulfurada, neutralizada, lavada y acabada de la manera usual, con acabado de fibra cortada. Después de secar y acondicionar, se efectuaron ensayos sobre filamentos individuales, según procedimientos normales.

Los resultados de estos ensayos se reflejan en la tabla I que sigue, en unión de datos comparables para fibras de control producidas sin el tratamiento de bicarbonato cuando relajadas, según el procedimiento de la solicitud de patente americana nº. 473.321, y en unión de las propiedades de las fibras de rayón de "rizado superior" ("super-crimp") obtenidas comercialmente.

La comparación de las propiedades de las dos fibras rizadas expuestas en las columnas B y C de la tabla I pone de manifiesto la superioridad, en cuanto a tenacidad, módulo y número de ondulaciones de rizado, de las fibras de rayón del presente invento sobre las fibras de rayón rizadas ordinarias de tipo comercial.

TABLA I

	A	B	C	
	Fibra sin ri- zar de la s \overline{ol} ic. de patente EE.UU. 473.321	Fibra ri- zada de la invenci \overline{on}	Ray \overline{on} comer- cial "super- riza \overline{do} "	
5	Denier	1,5	1,8	1,5
	Tenacidad, g/d acond.	6,0	4,0	1,8 - 2,7
	en h \overline{u} medo	4,8	2,7	1,0 - 1,6
10	Alargamiento, % acond.	9,0	10,8	18 - 30
	en h \overline{u} medo	10,0	13,6	24 - 40
	Tenacidad en h \overline{u} medo al 5% alarg., g/d (m \overline{od} ulo en h \overline{u} - medo)	1,8	0,8	0,2
15	ondulaciones por cm.	2,4	26	4,8 - 10
	Retenci \overline{on} de agua, %	65	120	80

Ejemplo 2

20 Se sigui \overline{o} el procedimiento del ejemplo 1, excepto en que al carrete de lavado 17 se le aplico (en lugar de la soluci \overline{on} de bicarbonato s \overline{od} ico al 0,5%) una soluci \overline{on} muy diluida de NaOH, con la proporci \overline{on} de NaOH justamente suficiente para llevar el agua a un pH de 10, y se obtu-
25 vo una relajaci \overline{on} de alre \overline{ce} or de 50% entre los carretes de lavado 17 y 19.

30 En este caso se obtuvieron las siguientes propieda-
des para las fibras: denier, 2,3; tenacidad, 3,3 g/d acondi-
cionadas y 2,4 g/d en h \overline{u} medo; alargamiento, 15,0% acondi-
cionadas y 17,8% en h \overline{u} medo; tenacidad en h \overline{u} medo al 5%



de alargamiento, 0,5 g/d; ondulaciones de rizado por centímetro, 40. La fibra acabada era extremadamente abultada o ahuecada, y de una sensación suave y como lanosa al tacto.

5 Ejemplo 3

Se obtuvieron fibras tenaces y muy rizadas, con tenacidades de 3,0 a 5,0 g/d en acondicionado, tenacidades de 2,0 a 3,8 g/d en húmedo y módulos en húmedo de 0,5 a 1,0 g/d, usando el procedimiento del ejemplo 2, excepto en la aplicación de las siguientes soluciones al carrete de lavado 17:

- 15
- a) de Na_2CO_3 al 0,2%, a 25°C;
 - b) de Na_2CO_3 al 0,2%, a 50°C;
 - c) de NaOH al 0,005%, a 50°C; y
 - 15 d) de NaHCO_3 al 1,0%, a 25°C.

El uso de una solución de NaOH al 1,0% a 25°C, en cambio, dio por resultado una estopa gelatinosa, parcialmente disuelta, que puso de manifiesto la necesidad de mantener el pH dentro de los límites indicados, durante esta etapa del procedimiento.

20 Ejemplo 4

Se siguió el procedimiento del ejemplo 1, excepto en que después del tratamiento de la estopa con la solución de 0,5% de bicarbonato sódico, en el carrete de lavado 17, se aplicaron los siguientes tratamientos sucesivamente:

- 25
- a) Se aplicó H_2SO_4 diluido (1%) y caliente a la primera mitad del carrete de lavado 19, y agua caliente
- 30



(85°C) a la segunda mitad.

b) Se aplicó solución desulfurante (Na_2S , 1%) a 60°C a la primera mitad del carrete de lavado 21, y agua caliente (85°C) a la segunda mitad.

5 c) Se aplicó H_2SO_4 diluido (1%) al primer cuarto del carrete de lavado 23, y agua caliente al resto.

d) Se hizo pasar la estopa por una solución acabada 25, se secó en el carrete de secado 26 y se recogió en unas bobinas 27.

10 Este experimento puso de manifiesto la practicabilidad de fabricar filamentos continuos rizados o con rizado latente por el procedimiento de esta invención.

Las muestras de los filamentos secados no parecían tener tantas ondulaciones de rizado como la del ejemplo 1 (acabadas en el estado de relajadas). Ahora bien, una vez colocadas en agua se desarrolló un rizado adicional por relajación de los filamentos que habían sido secados bajo muy ligera tensión. Las propiedades físicas resultaron semejantes a las de las fibras del ejemplo 1.

20 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 9 de Abril de 1.968, bajo el Nº 719.919, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se pre-

21 MAY.



sentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.- Un procedimiento de fabricar fibras de rayón de gran rizado y gran tenacidad, que tienen elevado módulo en húmedo y un alargamiento entre reducido y moderado, procedimiento que comprende las etapas de: hilar una solución de hilatura de viscosa, a una temperatura de 18° a 40°C, en un baño de hilar de tipo coagulante, hasta ob
10 tener filamentos de viscosa coagulados e incompletamente regenerados; retirar del baño de hilar los filamentos de viscosa coagulados y, siendo todavía esencialmente solubles en solución de álcali diluido, estirar los filamentos de aproximadamente 120 a 280% y, mientras los filamentos
15 se están estirando, tratarlos con un baño de ácido diluido caliente; inmediatamente después, mientras los filamentos están menos del 50%, regenerados relajar la tensión en los filamentos un 20 a 60% aproximadamente, y tratar los filamentos así relajados con una solución alcalina
20 de un pH aproximadamente comprendido entre 7,5 y 10; y después completar la regeneración de los filamentos, seguida de desulfuración y lavado del producto resultante, de fibras cortadas o filamentos altamente rizados.

25 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la solución alcalina se selecciona de entre el grupo que consta de las soluciones de carbonato de sodio, bicarbonato sódico e hidróxido sódico.

30 3.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los filamentos relajados se tratan con la solución alcalina durante un período y a una temperatura que osci



lan aproximadamente entre unos 2 segundos a alrededor de 100°C y unos 120 segundos a alrededor de 20°C.

5 4.- El procedimiento de fabricar fibras de rayón de gran rizado y gran tenacidad, que tienen elevado módulo en húmedo y un alargamiento entre reducido y moderado, procedimiento que comprende las etapas de: preparar una solución de hilatura de viscosa con una viscosidad por caída de bola comprendida entre 20 y 150 segundos, un índice salino (de NaCl) comprendido entre 7 y 13, y un número de gamma de entre 40 y 90, y modificada por una mezcla que tiene de 1% a 3% en peso de dimetilamina y de 0,5 a 2,5% en peso de polietilenglicol; hilar la solución de hilatura de viscosa modificada, a una temperatura de 18° a 40°C, en un baño de hilar de tipo coagulante que contiene de 0,2 a 2% en peso de formaldehído, de 1 a 6% en peso de sulfato de cinc, de 3 a 9% en peso de ácido sulfúrico y de 7 a 18% en peso de sulfato de sodio; retirar del baño de hilar los filamentos de viscosa coagulados y, siendo todavía los filamentos esencialmente solubles en solución de álcali diluido, estirarlos de aproximadamente 120 a 280% y, mientras se están estirando los filamentos, tratarlos con un baño de ácido diluido caliente; inmediatamente después, mientras los filamentos están menos del 50% regenerados, relajar la tensión en los filamentos un 20 a 60% aproximadamente, y tratar los filamentos así relajados con una solución alcalina de un pH aproximadamente comprendido entre 7,5 y 10; y después completar la regeneración de los filamentos, seguida de desulfuración y lavado del producto resultante, de fibras cortadas o filamentos altamente rizados.

10

15

20

25

30

16 DIC 1970



5.- El procedimiento de la reivindicación 4, en el que la solución de hilatura de viscosa se prepara partiendo de xantato de celulosa que tiene un grado de polimerización de alrededor de 450 a 800, y una relación equilibrada de celulosa e hidróxido sódico de alrededor de 4 a 9%.

6.- El procedimiento de la reivindicación 4, en el que la solución alcalina se selecciona de entre el grupo que consta de las soluciones de carbonato de sodio, bicarbonato sódico e hidróxido sódico.

7.- El procedimiento de la reivindicación 4, en el que los filamentos relajados se tratan con la solución alcalina durante un período y a una temperatura que oscilan aproximadamente entre unos 2 segundos a alrededor de 100°C y unos 120 segundos a alrededor de 20°C.

8.- Un procedimiento de fabricar fibras de rayón de gran rizado y gran tenacidad.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de dieciocho hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 16 DIC 1970

P.A.

Alberto de...
Por Poderes

36774

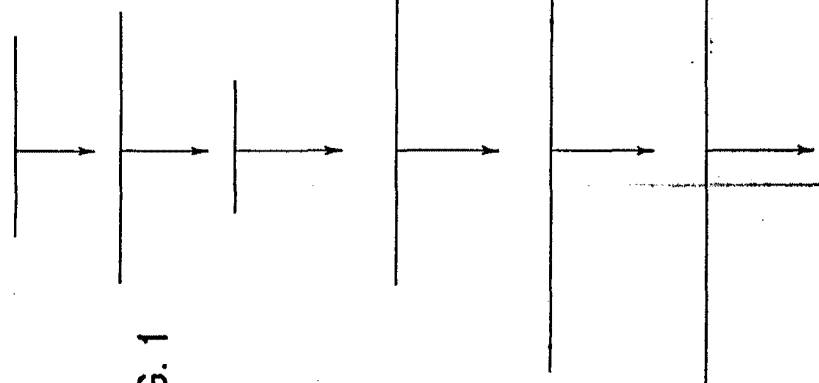


FIG. 1

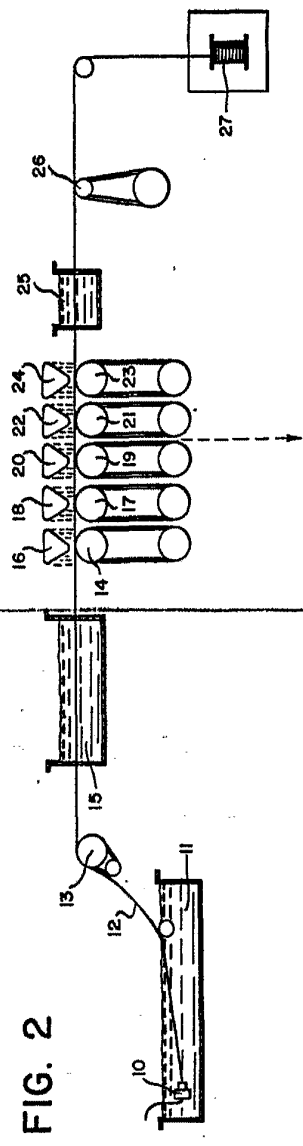
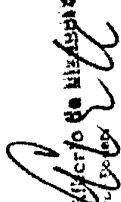


FIG. 2



 Alberto de Miazgala

 P. U. S. A.

FIG. 1

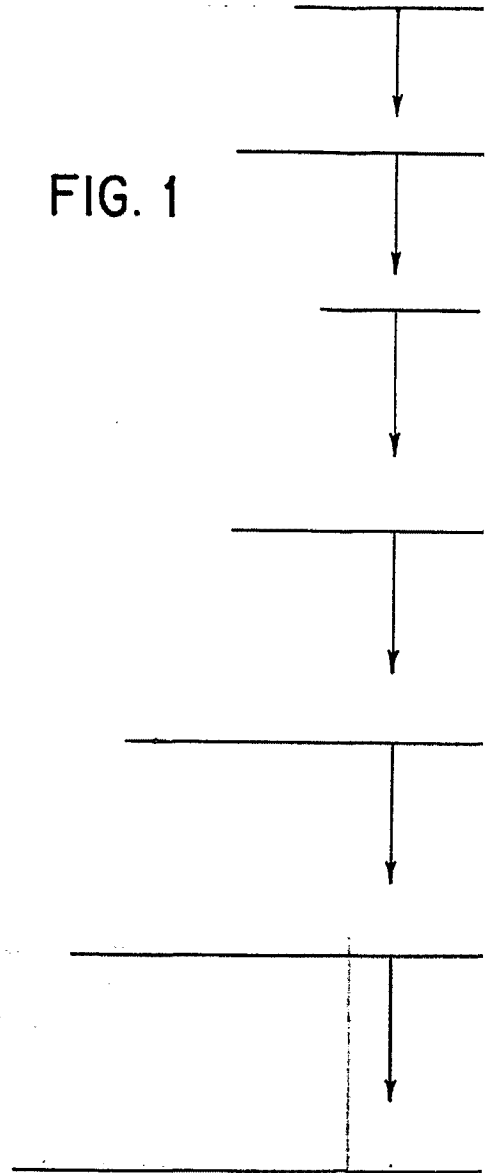
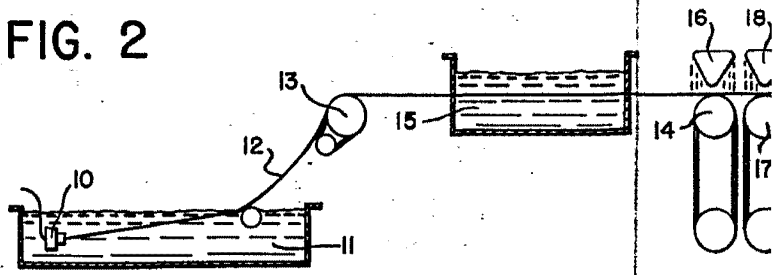
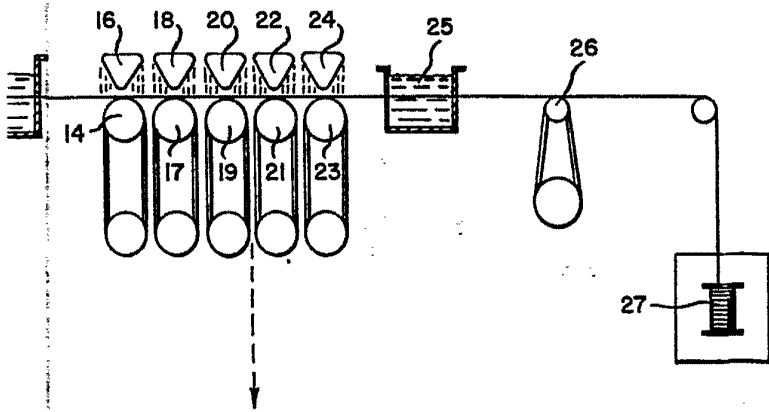
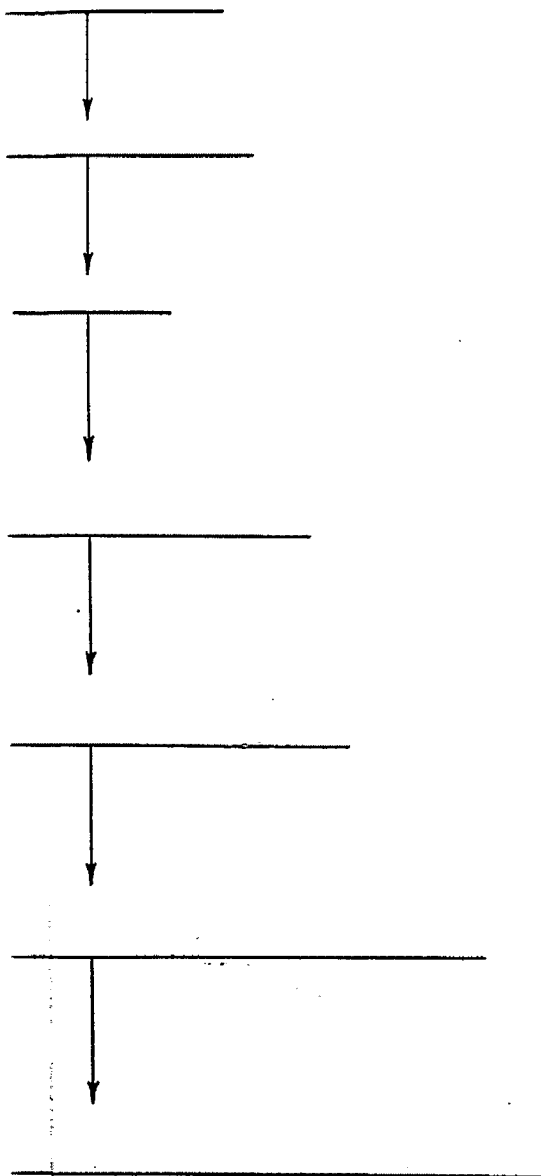


FIG. 2



367749



Alberto de Miranda
Pat. Excmo