

23 FEB



202107

202107

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención

a favor de

la r.s. Phrix-Werke Aktiengesellschaft

- sociedad alemana -

residente en

Hamburg 36 (Alemania) Stephansplatz, 10

por:

" PROCEDIMIENTO PARA ELEVAR LA DILATABILIDAD DE CUERPOS O ES-
TRUCTURAS DE NITRILO ACRILICO ORIENTADAS "

=====

INVENTORES; Dr. Robert ZOLLER, y Dr. Anton BRANDL,
ambos de nacionalidad alemana

=====

23 FEB



202107

5 La disolución de nitrilo poliacrílico en disolventes para la producción de artículos moldeados como películas, hilos, cintitas, cerdas y similares ofrecen en la práctica dificultades considerables, pues el nitrilo poliacrílico al intentar disolverlo en los disolventes diversos propuestos para ésto, tiene tendencia a formar apelsonamientos o a gelatinizarse, y esto con indiferencia de que para la disolución se empleen temperaturas bajas o más altas. Esto ocurre de modo especial al disolver el nitrilo poliacrílico en la dimetilformamida empleada generalmente en la práctica.

10 Según las indicaciones hechas en la literatura, estas dificultades se deben ante todo a las aminas existentes siempre en la dimetilformamida. De aquí que ya se haya propuesto fijar estas aminas por adición de anhídridos ácidos, aldehidos o similares. La adición de estas combinaciones a la dimetilformamida y otras aminas formiladas empleadas también para disolver el nitrilo poliacrílico, lleva sin embargo consigo otras dificultades.

20 Ahora bien, sorprendentemente se ha descubierto que al disolver nitrilo poliacrílico o polimerizados mixtos que principalmente contienen nitrilo poliacrílico, en aminas formiladas, como dimetilformamida, no se origina apelsonamientos cuando dicha disolución se realiza en presencia de colorantes ácidos. Por estos colorantes ácidos se deben entender en primer lugar colorantes mono y poliazoados conteniendo grupos ácidos, aunque también pueden emplearse según el invento con el mismo buen resultado otros colorantes ácidos que no

25

202107

23 FEB. 19



5

contengan grupos azo, como colorantes ácidos de nitro o de oxiantraquinona y también colorantes complejos de cromo, como los llamados colorantes fijos palatín y otros análogos. Naturalmente se presupone que los colorantes son solubles en aminas formiladas e inalterables a las temperaturas empleadas al disolver el nitrilo poliacrílico y al hilar la disolución. Las cantidades de colorantes pueden variar dentro de amplios límites, regulándose también la adición del colorante según la intensidad del tono del color requerido en el hilo acabado. En general son convenientes y suficientes cantidades de 2 hasta 10% para los fines indicados.

10

15

20

25

Sorprendentemente en presencia de los colorantes puede lograrse ya a temperaturas de 80 a 90° una disolución completa del nitrilo poliacrílico, mientras que en otro caso son necesarias por regla general temperaturas de 100° y superiores para una disolución homogénea. También el tiempo de la disolución permite acortarse considerablemente empleando el nuevo procedimiento en comparación con el método usual. Para preparar una disolución coloreada según el invento es suficiente, a pesar de la baja temperatura, un tiempo de 1 hasta 2 horas para obtener disoluciones totalmente homogéneas, mientras que en el proceso de disolución empleado hasta ahora generalmente se necesitan 3 a 4 horas y más para poner la masa al principio gelatinosa en forma de una disolución viscosa de hilatura.

La disolución preparada según el invento puede inmediatamente enfriarse a 60° sin que se forme ningún

202107 23 FEB



5 gel, mientras que las disoluciones no coloreadas comienzan ya a gelatinarse a temperaturas considerablemente superiores. La mayor homogeneidad de la disolución preparada según el invento se demuestra también en la hilatura, pues con auxilio de las nuevas disoluciones se obtienen hilos más homogéneos.

10 El nuevo procedimiento ofrece ventajas especiales en la elaboración de hilos de desecho. Estos, como es sabido, se disuelven en el disolvente considerablemente en peor grado que el nitrilo poliacrílico, de suerte que se requieren para la disolución temperaturas de 140° y superiores. Pero a estas temperaturas solo se obtienen hilos amarillos hasta pardos, cuya calidad se reduce considerablemente respecto a la de los hilos obtenidos con nitrilo poliacrílico recién preparado. De aquí que ya exista cierto número de propuestas referentes de modo especial a la disolución y aprovechamiento de los hilos de desperdicio de nitrilo poliacrílico, aunque ninguno de estos procedimientos ha tenido hasta ahora aceptación en la práctica.

20 En la presencia de uno de los colorantes arriba indicados se logra, sin embargo, disolver los hilos de desecho de nitrilo poliacrílico a temperaturas considerablemente más bajas y con una rapidez considerablemente mayor que hasta ahora. Esta observación tiene valor también cuando los mismos hilos contienen ya uno de los colorantes indicados.

25 Los hilos obtenidos de esta disoluciones presentan coeficientes de resistencia y de dilatación que corresponden en absoluto a los de hilos de nitrilo poliacrí-

202107



lico recién preparado, de suerte que por el procedimiento del invento se ha hecho posible por vez primera elaborar también los hilos de desecho de nitrilo poliacrílico en productos textiles de elevado valor.

5 Los hilos obtenidos por el nuevo procedimiento presentan en general una buena capacidad de tinte y muy profunda coloración. En especial los coeficientes de solidez con esencialmente mejoras que al teñir con el mismo colorante los hilos hilados por los métodos normales.

10 Otra ventaja lograda con el procedimiento según el invento se halla en el contenido pequeñísimo de amina del disolvente recuperado. Como es sabido, al hilar disoluciones de nitrilo poliacrílico se debe recuperar el disolvente evaporado, relativamente caro. Mientras que el contenido de aminas de la dimetilformamida reciente utilizada para preparar
15 la disolución de hilatura no debe ser superior a 40-60 mg/l, si se han de obtener buenos productos de color claro, el disolvente recuperado del pozo de hilatura presenta por regla general un contenido de aminas de 200 a 500 mg/l. (medido como
20 NH_3). Evidentemente se forman las aminas durante el proceso de disolución y de hilatura, cuando el disolvente se somete a temperaturas más altas. Las aminas producen formación de geles en la disolución de hilatura y también una coloración oscura del hilo hilado y por esto deben eliminarse del disolvente antes de volverlo a emplear. Pero si se elabora una disolución de hilatura según el invento ~~conteniendo~~ colorante, entonces la dimetilformamida recuperada del pozo de hilatura
25

202107²³ FEB. 50



5 solo presenta un contenido de aminas pequenísimas, por regla general de 10 a 20 mg/l, y que incluso llega a reducirse a 0. Por consiguiente no se requiere purificar de aminas el disolvente recuperado cuando se aplica el nuevo procedimiento, sino que más bien el disolvente recuperado puede sin más utilizarse para disolver nuevo nitrilo poliacrílico.

Ejemplo 1:

10 Se disuelve nitrilo poliacrílico en dimetilformamida, a la que se han agregado 3% de verde fijo palatín, agitando constantemente y en el decurso de 1 a 2 horas a 80° para dar una disolución de 20 a 25%. Después del tiempo indicado se origina una disolución totalmente homogénea que puede hilarse inmediatamente en un pozo calentado y del modo conocido en hilos que luego se estiran en caliente hasta 10-12 veces

15 La resistencia del hilo hilado y estirado se encuentra entre 40 y 45 kilómetros de desgarré. El hilo presenta una coloración alara verde oscura que ofrece excelentes coeficientes de solidez.

20 El disolvente recuperado del pozo de hilatura por enfriamiento profundo del aire de escape no presenta ningún contenido de aminas libres y posee un pH de 6,5. Dicho disolvente después de eliminar su pequeño contenido de agua, que es de 3 a 6%, puede emplearse inmediatamente para disolver nuevo nitrilo poliacrílico.

25 Ejemplo 2:

Los hilos obtenidos según el ejemplo 1 pueden volverse a disolver en iguales condiciones prácticas en dime-

202107

23 F



tilformamida y al volverse a hilar dan hilos que en sus propiedades textiles corresponden prácticamente a los obtenidos según el ejemplo 1. Los hilos sin teñir necesitan en iguales condiciones una temperatura de 130° y más para disolverse.

5

Ejemplo 3:

Hilos de desecho obtenidos por los métodos usuales permiten hilarse agregándoles 3% de negro diamina B 4 a 80-100° en hilos claros azul marino con excelentes propiedades de solidez, mientras que sin la adición del indicado colorante se requieren temperaturas de disolución considerablemente más elevadas y la disolución solo suministra hilos amarillos a pardo amarillos.

10

Si se aumenta al doble la cantidad de negro diamina B 4, entonces se obtienen hilos de un negro profundo. Lo mismo puede lograrse con una adición de 2% de negro Sirius.

15

* * * * *

* * * * *

*

23 FEB.

N O T A

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la producción de artículos coloreados o teñidos de nitrilo poliacrílico o de polimerizados mixtos que lo contienen, caracterizado porque el polimerizado se disuelve en presencia de colorantes ácidos en una porción total o preponderante de disolvente constituido por aminas formiladas y la disolución se moldea del modo usual.

10 2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el nitrilo poliacrílico se disuelve a temperaturas inferiores a 100° en una disolución de dimetilformamida conteniendo colorantes ácidos y se hila como de ordinario en hilos evaporando el disolvente.

15 3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque como polimerizado que se ha de disolver, se emplean hilos de desecho, preferentemente los que están teñidos con colorantes ácidos.

20 4.- "Procedimiento para la producción de artículos coloreados o teñidos de nitrilo poliacrílico o de polimerizados mixtos que lo contienen".

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta la presente memoria de siete hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 23 de febrero de 1952.

GUILLERMO ROEB