

256346



PATENTE DE INVENCION

B.A. 7998/59

256346

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de fibras de copolímeros, de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno, solubles en acetona".

Solicitante: COURTAULDS LIMITED, entidad inglesa, domiciliada en
16, St. Martin's-le-Grand, Londres, Inglaterra.

Este invento se refiere a la fabricación de fibras sintéticas y se relaciona especialmente con la fabricación de fibras de los copolímeros de acrilonitrilo y de cloruro de vinilideno, solubles en acetona. Este

5. invento es aplicable a copolímeros vinarios solubles en



5. acetona, de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno, y también a copolímeros solubles en acetona, de los dos compuestos, con pequeñas cantidades, por ejemplo, hasta el 5% aproximadamente en peso, de otros monómeros tales como vinil-piridina o ácido itáconico, que pueden usarse para modificar las propiedades de tejido del copolímero.

10. Se han hecho ya propuestas para producir copolímeros, solubles en acetona, de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno; ver por ejemplo la memoria de la patente británica nº 643.198 y nº británico 5.192/58. Las soluciones en acetona de los copolímeros, pueden hilarse en húmedo o en seco para formar fibras tal como se describe, por ejemplo, en la memoria de la patente británica nº 674.323, de la British Celanese Limited. Esta última Memoria, describe también la etapa o fase de estirar las fibras resultantes en estado de reblandecimiento por el calor, por ejemplo en un baño de agua caliente, o en vapor saturado; la fase de estirado puede ir seguida por un tratamiento de temple, con objeto de reducir la tendencia de las fibras a contraerse al calentarse a temperaturas moderadamente elevadas, tal como de 60º a 100ºC. Otro tipo de estirado de las fibras de copolímero de acrilonitrilo-cloruro de vinilideno, se describe en la Memoria de la Patente Británica nº 709.995, de acuerdo con el cual las fibras se estiran a una temperatura superior a 120ºC., por ejemplo en vapor o agua caliente sometida a presión.

30. Se ha comprobado que resulta especialmente ventajoso el que las fibras recién expulsadas de copolí-



meros de acrilonitrilo-cloruro de vinilideno, se sometan a una operación de estirado en frío, antes de recogerse. La denominación "estirado en frío" significa que las fibras se estiran a una temperatura no superior a 40°C.

5. En general, por razones económicas, las fibras se estiran a las temperaturas ordinarias. El grado de estirado ha de ser, por lo menos el 75% y, más convenientemente, de 100 á 300%. En toda esta Memoria, el grado de estirado se expresa como porcentaje de la longitud aumentada a la
10. longitud primitiva de la fibra; por ejemplo para una fibra estirada al doble de su longitud primitiva, el estirado es de 100%.

El estirado en frío de las fibras recién expulsadas, se realiza con preferencia entre "rodillos"; las fibras que abandonan la cuba de hilado o el baño de coagulación, según el caso, se hacen pasar alrededor de un primer rodillo y luego a un segundo rodillo, cuya velocidad periferica se dispone para comunicar a la fibras el grado requerido de estirado. Sin embargo,

15. pueden utilizarse otros métodos conocidos de estirado, por ejemplo utilizando carretes o cilindros, o bien puede usarse una combinación de rodillo y carrete. Una vez estiradas en frío las fibras, poco después de su expulsión, se recogen con preferencia en bobinas, torcidas
20. o sin torcer al estado de hilos, dispuestos para ulterior tratamiento, pero pueden tratarse a continuación en una operación continua.
- 25.

El estirado en frío, se realiza con preferencia al aire, especialmente cuando se están estirando fibras hiladas en seco, pero el estirado puede llevarse a cabo



en agua u otro medio no disolvente, a 15-40°C., y el líquido puede contener un lubricante textil.

5. Un efecto de la operación de estirado en frío, es hacer las fibras de tipo menos elástico. Un segundo efecto es reducir apreciablemente o eliminar por completo el peligro de filamentos adheridos en la hebra recogida.

10. Las fibras producidas por la operación de estirado en frío, no son sin embargo adecuadas para los usos textiles en general, y, por tanto, reciben un nuevo tratamiento de estirado a temperatura elevada. Este nuevo estirado, ha de ser de 500 á 2.000% y, con preferencia, de 700 á 1500%. Las temperaturas elevadas convenientes, son temperaturas no inferiores a 95°C. Este estirado en

15. caliente, puede realizarse en aire caliente, en vapor o en agua caliente, sometido a presión, como se describe en la memoria de la Patente Británica antes citada nº 674.323, y en la Memoria de la Patente Británica nº 709.995 y el proceso de estirado en caliente puede ir seguido por un tratamiento de temple para reducir la

20. contracción de la fibra al calentarse. De acuerdo con una aplicación preferida de este invento, el tratamiento de estirado en caliente se realiza en temperaturas superiores a 100°C. empleando vapor saturado a presión super atmosférica, por ejemplo hasta 3,5 kg/cm², como medio

25. de calefacción. Las fibras obtenidas como resultado de estirar las fibras estiradas en frío, en vapor saturado a presión super-atmosférica, tienen elevadas estabildades dimensionales para el calor húmedo y seco, y son adecuadas para muchos fines textiles. En general, las

30. fibras así estiradas se contraen solamente un porcentaje



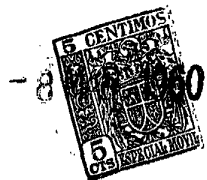
muy bajo en agua caliente o en aire a 136°C. y, además, se obtiene una notable mejora en la estabilidad de los colores sometidos a la exposición al calor seco. Si se desea, puede llevarse a cabo una estabilización todavía

5. mayor, por un tratamiento de temple realizado sumergiendo las fibras en agua caliente o en ebullición, en vapor libre en vapor a presión, o en aire caliente, permitiendo que la contracción natural de la fibra se realice libremente. Por ejemplo, las fibras, después del tratamiento de estirado en vapor saturado a la presión superatmosférica, pueden hacerse pasar de modo continuo en condiciones de flojedad libre, a través de un baño de agua a o cerca de su punto de ebullición (o sea alrededor de 90-100°C.) o a través de un tubo que contenga vapor saturado a la presión atmosférica. Las fibras resultantes no acusan virtualmente contracción al sumergirse luego en agua en ebullición.
- 10.
- 15.

Este invento se aclara por los ejemplos siguientes:

20. EJEMPLO 1.

- Un copolímero de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno, obtenido de acuerdo con el método descrito en la Solicitud de Patente Británica nº 5.192/58 y de un contenido de acrilonitrilo del 51% y una viscosidad intrínseca de 1,47 en dimetil formamida en solución, se disolvió en acetona para dar una solución al 22% en peso. Esta solución se hiló en seco utilizando equipo de filatura en seco convencional, y las fibras resultantes que salían de la célula de filatura se estiraron en frío el 100% entre rodillos y luego se recogieron, sin
- 25.
- 30.



- 6 - 265348

torcer, en una bobina. La velocidad de recogida final era de 40 m. por minuto, y el denier de 266. El examen de las hebras recogidas demostró que no existían filamentos pegados y que la hebra o hilo podía retirarse de la bobina sin dificultad, después de prolongada conservación.

5.

La hebra o hilo se retiró a continuación de la bobina y se hizo pasar continuamente, con estirado, a través de vapor saturado, a 2 kg/cm^2 utilizando un aparato constituido por dos cámaras adyacentes, que contenían, respectivamente, agua caliente sometida a presión y luego vapor a presión, y finalmente se recogió como hebra

10.

torcida. Esta se hizo pasar al interior del agua, a través de una placa que contenía un orificio fino, y desde el agua al interior del vapor, a través del segundo orificio, saliendo del vapor a través de un tercer orificio. Un rodillo alimentaba la hebra o hilo al aparato a razón de 2 m. por minuto, y un segundo rodillo retiraba dicho hilo a razón de 20 m. por minuto comunicado así un estirado de 900%. La tensión de estirado era de 2 g.

15.

El denier de la hebra recogida era 26, y su tenacidad era de 4,35 g/denier, siendo su extensibilidad de 10,7% y su contracción, por sumersión en agua hirviendo durante 15 segundos, era de 4,6%. La hebra o hilo estirado en frío antes del proceso de estirado en caliente, tenía una tenacidad de 1,47 g/denier, una extensibilidad de 53,8% y una contracción de 37% en agua hirviendo.

20.

La hebra o hilo, finalmente, se hizo pasar de modo continuo a través de un baño de agua en ebullición, sometida a condiciones de flojedad libre, siendo de 11

25.

30.



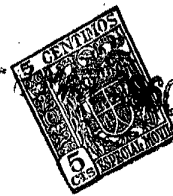
5. segundos el tiempo de sumersión. Después de esto su tenacidad era de 3,4 g./denier, su extensibilidad, de 13,8% y su contracción en agua en ebullición alrededor de 0,5%; no acusaba contracción al calentarse en aire a 136°C. durante una hora.

EJEMPLO 2.

10. Un copolímero de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno, se obtuvo por el método descrito en la solicitud de patente británica nº 5.192/58; el copolímero contenía 47% en peso de acrilonitrilo y tenía una viscosidad intrínseca, medida en dimetil formamida, de 1,73. Se disolvió en acetona para producir una solución al 22% en peso, que luego se hiló en seco a través de una salida de 40 orificios, como se describe en el ejemplo 1,
15. para producir fibras que se estiraron el 100% a temperaturas ordinarias, entre un rodillo y un carrete de avance del hilo y luego se recogieron en bobinas sin torsión. La hebra recogida era de denier 900/40 filamentos.

20. La hebra se extrajo de la bobina por un rodillo que tenía una velocidad periférica de 4 m/minuto y se estiró el 1.150% en vapor saturado a 1,4 kg/cm² por un segundo rodillo de velocidad periférica de 50 m./minuto; luego pasaba de modo continuo, a 50m/minuto, a través de una atmosfera de vapor saturado a la presión
25. atmosférica, a un rodillo de velocidad periférica de 47 m./minuto y finalmente se recogía en forma de hilo torcido en una máquina de torcer de anillos.

30. El hilo obtenido tenía una tenacidad de 4 g./denier y una extensibilidad de 14%. Era dimensionalmente estable en calor seco y húmedo. Se tejió formando un



género que resultó ininflamable de acuerdo con las normas británicas. Las muestras del género no quedaron afectadas por el contacto durante 15 segundos con una plancha caliente a temperaturas hasta 220°C.

5.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También

10.

se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 9 de marzo de 1959 nº 7998/59 acogándose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento de obtención de fibras de copolímeros, de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno, solubles en acetona"; caracterizándose por lo siguiente:

15.

20.

1º.- Procedimiento de obtención de fibras de copolímeros, de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno, solubles en acetona, caracterizado por comprender hilar en húmedo o en seco soluciones de acetona de los copolímeros para formar fibras que luego se estiran, y además, porque las fibras recién expulsadas se estiran de 75 á 300% a una temperatura del orden de 15º á 40°C. después de lo cual se estiran a temperatura elevada, de modo conocido, con preferencia en vapor saturado a presión aumentada.

25.

30.

2º.- Procedimiento de obtención de fibras de



256346

- 9 -

copolímeros, de acrilonitrilo y cloruro de vinilideno, solubles en acetona; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid, 27 MAR 1950

COURTAULDS LIMITED.

J. GOMEZ AGERO Y MODET