

PATENTE DE INVENCION

Corres. Brit. 26507/59.



259997

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de soluciones de
"poliacrilonitrilo, formadoras de fibras".

=====

Solicitante:

COULSONS LIMITED, entidad británica, domiciliada en
16, St. Martin's-le-Grand, LONDRES, Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento de
preparación de soluciones de poliacrilonitrilo, adecuadas
para hilarse en forma de filamentos. La denominación
"poliacrilonitrilo" se utiliza para abarcar polímeros
5. sencillos de acrilonitrilo, y copolímeros que contengan,
por lo menos, 80% de acrilonitrilo y hasta 20% de uno o
más compuestos copolimerizables, etilénicamente insaturados,
tales como acetato de vinilo, acrilato de metilo, estireno,
ácido itacónico y vinilpiridina.

10. La memoria de la Patente Británica nº 796.294

259997



- 2 -

describe un procedimiento para la obtención de soluciones de poliacrilonitrilo, polimerizando acrilonitrilo, con o sin otros compuestos polimerizables, en una solución acuosa o alcohólico-acuosa de una sal tiocianato en presencia de

5. un catalizador no-oxidante, libre de radicales, para iniciar la polimerización. Este procedimiento de polimerización en disolvente es adaptable y ha demostrado la posibilidad de aplicarse a la preparación de soluciones de polímeros de una elevada variedad de pesos moleculares medios y, por

10. filatura de las soluciones en el seno de coagulantes acuosos, determinar la gama de pesos moleculares medios y, por filatura de las soluciones en el seno de coagulantes acuosos, determinar la gama de pesos moleculares medios mejor adaptados al método de hilado, y las propiedades

15. deseadas de los filamentos. Se ha comprobado que una viscosidad intrínseca del polímero (dimetil-formamida) del orden de 1,5 a 1,8 es generalmente necesaria para el funcionamiento comercial normal.

Los intentos de aplicar los mismos principios

20. a la polimerización de acrilonitrilo en otros disolventes conocidos para el poliacrilonitrilo, tal como la dimetil-formamida, han tenido menos éxito, dado que los disolventes actúan como agentes de transferencia en cadena, en la polimerización. Los disolventes, consiguientemente,

25. reducen el peso molecular medio del polímero resultante, en grado tal que la viscosidad intrínseca del polímero no puede alcanzar el valor más adecuado para la filatura de una solución y para las propiedades de los filamentos.

El objeto de este invento es proporcionar un procedimiento para la polimerización de acrilonitrilo, con o

30.



sin otros monómeros copolimerizables, en un disolvente del polímero, constituido principalmente por dimetilformamida, asegurando a la vez que la viscosidad intrínseca del polímero será adecuada para la filatura de la solución resultante de polímero en filamentos de buena calidad.

5.

De acuerdo con esto, el invento comprende el polimerizar acrilonitrilo, con o sin otros compuestos copolimerizables, etilénicamente insaturados, en una mezcla de dimetil-formamida y un líquido orgánico que es, a la vez no disolvente para el poliacrilonitrilo y mal agente de transferencia en cadena, constituyendo la mezcla un disolvente para el poliacrilonitrilo.

10.

La dilución de dimetil-formamida con un mal agente de transferencia en cadena, de acuerdo con este invento, proporciona un disolvente, para el poliacrilonitrilo, de actividad reducida para la transferencia en cadena, comparada con la dimetilformamida, de tal modo que la viscosidad intrínseca del polímero puede aumentarse en presencia del diluyente y la gama óptima de viscosidad intrínseca del polímero para la filatura y las propiedades de las finas, se hace con ello asequible.

15.

20.

Los líquidos orgánicos preferidos, son ketonas alifáticas de peso molecular inferior, tales como la acetona y la metil-etil-ketona, e hidrocarburos aromáticos, tales como el benceno, el tolueno y el xileno.

25.

Los catalizadores empleados para iniciar la polimerización, pueden ser cualesquiera del tipo corriente empleado para este objeto, por ejemplo los oxo-catalizadores tales como peróxidos o persulfatos, los redox-catalizadores



259787

y tambien los azo-catalizadores tales como el azo-bis-isobutironitrilo.

- Las soluciones de polímero que pueden prepararse, con concentraciones de polímero de 5 a 25%, son casi incolores. Las soluciones pueden expulsarse al interior de coagulantes adecuados, para obtener filamentos blancos que pueden estirarse en vapor hasta el 900% para desarrollar propiedades textiles. Los coagulantes preferidos son hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno y xileno, pero pueden usarse otros coagulantes tales como ácidos alifáticos, ketonas alifáticas, alcoholes aromáticos, hidrocarburos clorados, éteres, parafinas y mezclas de agua y acetona; su eficiencia como coagulante depende, en cierto grado, de la composición de los disolventes dimetil-formamida/líquido orgánico empleados.

Este invento se aclara por el ejemplo siguiente, en el que las partes son ponderales.

- EJEMPLO - Se preparó una carga de polimerización, de la composición siguiente:

20.	Dimetil formamida	70,5 partes
	Acetona	20 "
	Acrlonitrilo	24 "
25.	Acrilato de metilo	1,6 "
	Azo-bis-isobutironitrilo	0,5 "

La mezcla se calentó a 60° C. durante 20 horas en cuyo periodo de tiempo la solución se espesó considerablemente.

30. La solución de polímero se analizó para dar



259997

29 JUL

los resultados siguientes:

Weso de polímero	20 partes
Viscosidad intrínseca del polímero	1,6 partes

- 5. Cuando una carga de polimerización análoga, con la sola excepción de que la acetona estaba sustituida por un volumen igual de dimetil-formamida, se calentaba a 60° C. durante 20 horas, la solución de polímero obtenida contenía 15,4 partes de polímero y la viscosidad intrínseca de éste era de 1,5 solamente.
- 10.

N O T A

- 15. 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 se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 31 de Julio de 1959 nº 26307/59, acogiéndose, 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 soluciones de poliacrilonitrilo, formadoras de fibras"; caracterizándose por lo siguiente:
- 20.
- 25.

1º.- Procedimiento de obtención de soluciones de poliacrilonitrilo, formadoras de fibras, caracterizado por ajustarse a la definición anterior y por comprender el polimerizar acrilonitrilo catalíticamente, con o sin algún otro compuesto copolimerizable etilénicamente

30.

- 6 - 259997



insaturado, en una mezcla de dimetiloforamide y un líquido orgánico que es, a la vez, no-disolvente para el poliacrilonitrilo, y un mal agente de transferencia en cadena, siendo la mezcla un disolvente para el poliacrilonitrilo.

5. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el líquido orgánico es una ketona de bajo peso molecular.

10. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizado porque el líquido orgánico es acetona o metil-etil-ketona.

4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque el líquido orgánico es un hidrocarburo aromático.

15. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 4ª, caracterizado porque el líquido orgánico es benceno, tolueno o xileno.

20. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la polimerización se inicia por el azo-bis-isobutironitrilo.

25. 7ª.- Procedimiento de obtención de soluciones de poliacrilonitrilo, formadoras de fibras; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de seis hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10 JUL 1960

CORREO UNICO DE ESPAÑA

J. GOMEZ ACEBO Y MOBER
P.P.