



PATENTE DE INVENCION

Br. 23584/60.

26 87 97

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para tratar filamentos de poliacrilonitrilo".

=====

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

=====

Esta invención se relaciona con el tratamiento de filamentos de poliacrilonitrilo para mejorar su extensibilidad y otras propiedades. Por "poliacrilonitrilo" queremos indicar tanto homopolímeros de acrilonitrilo como copolímeros que contengan por lo menos un 80% por

5.

268397



peso de unidades acrilonitrilo. Tales copolímeros pueden ser los productos de la copolimerización con acrilonitrilo de tales otros monómeros como estireno, acrilato de metilo, ácido itacónico, ácido metalil sulfónico y sus sales, acetato de vinilo y vinil piridina. La invención es particularmente aplicable a copolímeros que contengan del 90 al 95% por peso de unidades de acrilonitrilo.

5.

10.

15.

20.

25.

30.

De acuerdo con la presente invención, se sumergen filamentos de poliacrilonitrilo no secados en un baño acuoso a una temperatura de éste de 80 a 95°C. y bajo condiciones que permitan a los filamentos contraerse y seguidamente se secan bajo una tensión no superior a 10 miligramos por denier. Por "no secados" queremos indicar filamentos que se han producido mediante un proceso de hilado en húmedo y no se han secado subsiguientemente.

El baño acuoso caliente comprende preferiblemente una proporción principal de agua, pero puede contener también pequeñas cantidades de otros componentes, tales como un agente humedecedor, un agente blanqueador óptico y/o un agente de acabado, en cuyo caso el tratamiento puede combinarse con cualquier otro tratamiento en húmedo normalmente llevado a cabo sobre los filamentos, por ejemplo un tratamiento de acabado suavizador. La temperatura del baño se encuentra preferiblemente entre los límites de 85 y 92°C. Dentro de estos límites es conveniente emplear la mínima temperatura que proporcione la deseada mejora de propiedades. Con filamentos de inferior denier, por ejemplo de

288797



denier 2, unas temperaturas de 85°C. pueden resultar plenamente satisfactorias, mientras que con filamentos de denier superior, por ejemplo denier 15, pueden ser convenientes unas temperaturas de más de 90°C.

5. El tiempo de inmersión de los filamentos en el baño puede ser tan reducido como de algunos segundos, por ejemplo diez, mientras que se obtienen unas mejoras apreciables en el efecto con una inmersión de hasta 60 segundos aproximadamente. Más allá de este punto, las pequeñas mejoras obtenidas son de escasa importancia práctica en vista de las dificultades prácticas de incrementar el tiempo de inmersión cuando se usa un tratamiento continuo. Sin embargo, es posible reducir el tiempo de inmersión u obtener un efecto mejorado al mismo tiempo incorporando pequeñas cantidades de un disolvente para el filamento en el baño. Por ejemplo, éste puede comprender una solución al 3% de tiocianato sódico en agua.
- 10.
- 15.

20. Aunque hemos fijado un límite superior de 10 mg/denier a la tensión a que se someten los filamentos durante el secado, se emplean preferiblemente tensiones muy inferiores a ésta, por ejemplo de 3 a 5 mg/denier. Condiciones de este tipo pueden obtenerse de diversas maneras, por ejemplo secando los filamentos mientras se desplazan sustentados sobre una correa transportadora o malla o armazón abierto o mediante secado por cargas.
25. La temperatura a que se lleva a cabo la operación de secado está preferiblemente comprendida dentro de unos límites de 80 a 140°C. y deseablemente no superior a 120°C.
- 30.

26 83 97



Si los filamentos se tratan continuamente pasándolos a través de un baño acuoso caliente de una longitud determinada y a una velocidad predeterminada, hay que tener en cuenta la contracción que se produce en los filamentos dentro del baño. Por ejemplo, si los

5. filamentos avanzan mediante pares de rodillos, los rodillos de alimentación deben ponerse en rotación a una velocidad periférica superior a la de los rodillos usados para retirar los filamentos del baño. Estos

10. pueden tratarse ventajosamente usando una corriente desplazable en el mismo sentido en el baño, lo que ayuda a hacer avanzar los filamentos.

El principal efecto del tratamiento según la presente invención es el de incrementar la extensibilidad de los filamentos secados finalmente obtenidos y el de mejorar las características de nudos y rizados de los filamentos. Sin embargo, pueden mejorarse también otras propiedades de los filamentos, por ejemplo la uniformidad de los mismos o su resistencia a la

15. abrasión. Una ventaja incidental del tratamiento es la de que gran parte de la contracción de los filamentos todavía húmedos que normalmente ocurre en la secadora tiene lugar ahora en el baño que precede a aquélla, es decir en una fase de la línea de producción en la

20. que aquél es mas fácil de acomodar. Otra ventaja es la de que los filamentos pueden tener una menor retención de humedad después del tratamiento en el baño caliente, de manera que sean más fáciles de secar que los filamentos no tratados.

30. Los filamentos obtenidos como resultado del

26 87 97



- tratamiento según la presente invención poseen después del secado una contracción potencial inferior a la de las fibras no tratadas de esta manera. En efecto, la contracción potencial puede ser tan baja que los filamentos pueden considerarse como totalmente estabilizados y omitirse todo tratamiento ulterior de estabilización.

5. La invención queda más ilustrada mediante los siguientes ejemplos. Los filamentos de acrilonitrilo empleados en todos ellos se obtuvieron mediante polimerización de una mezcla de acrilonitrilo, acrilato de metilo y ácido itacónico en las proporciones de 93:6:1, disuelta en una solución al 51% por peso de tiocianato sódico en agua y empleando un azocatalizador durante hora y media a 79°C. La solución de polímero al 12% por peso obtenida fué hilada en una solución al 10% por peso de tiocianato sódico y se estiraron con vapor de agua los filamentos, que se lavaron, pero sin secarse, antes del tratamiento que se describe en los ejemplos. Salvo indicación en contrario, el estirado con vapor de agua implicó un alargamiento de ocho veces.

EJEMPLO 1.

20. Se pasaron los filamentos de poliacrilonitrilo a través de un baño de agua a 90°C. a una velocidad suficiente para permitir una inmersión de 60 segundos.
25. Los filamentos, juntamente con una segunda muestra de ellos que no habían sido tratados, fueron secados luego en festones a 100°C. hasta que su contenido en humedad quedó reducido al 0,1%.

30. La tabla compara las propiedades de los filamentos tratados con las de los filamentos sin tratar.



268797

EJEMPLO 2.

5. Se pasó una estopa de denier 1.800 compuesta de filamentos de denier 3, de manera continua a través de un baño de agua a 90°C. con una inmersión de 10 segundos. Los filamentos tratados y una muestra de control sin tratar fueron secados en madejas en un horno a 80°C.

La Tabla compara las propiedades de los filamentos tratados y sin tratar.

10. EJEMPLO 3.

15. Se pasó una estopa de denier 60.000 compuesta de filamentos de denier 3, de manera continua a través de un baño de agua a 90°C., siendo el tiempo de inmersión de 25,5 segundos. Los filamentos, juntamente con una muestra de control sin tratar, fueron secados en una secadora de tambor Weisbach bajo una tensión mínima a una temperatura del orden de 80 a 90°C.

La Tabla compara los filamentos tratados y sin tratar.

20. EJEMPLO 4.

25. Se introdujo de manera continua mediante un par de rodillos una estopa de denier 120.000 formada por filamentos de denier 3 en un extremo de un tubo de 20 pies y de 6 pulgadas por 1 pulgada de sección transversal, por el que circulaba descendentemente una corriente de agua, en el mismo sentido que la estopa, a $85 \pm 2^\circ\text{C}$. a razón de 40 metros por minuto de velocidad de corriente lineal. Los rodillos de alimentación giraban a una velocidad periférica de 46,8 metros por minuto y se retiró la estopa del otro extremo del tubo

30.

23 83 97



mediante rodillos de recogida movidos a una velocidad periférica de 40 metros por minuto, siendo la diferencia de velocidades equivalente a una contracción del 17%. El tiempo de permanencia de los filamentos en el baño era de 9,1 segundos.

5. Los filamentos y una muestra de control de filamentos que habían sido estirados con vapor de agua y lavados solamente, fueron secados en festones a 80°C. hasta un contenido de humedad del 2% aproximadamente, lo que implicó aproximadamente media hora de secado. Las propiedades de rizado del control y de los filamentos tratados aparecen comparadas en la Tabla.
- 10.

EJEMPLO 5.

15. Se sumergió en un baño de agua a 90°C. durante 10 segundos una estopa de denier 1.800 compuesta de filamentos de denier 9 (que en la operación de estirado por vapor de agua habían recibido un alargamiento de diez veces su longitud original), durante cuya inmersión se contrajo en un 22,8%, secándose luego con una muestra de control no sumergida, durante un cuarto de hora aproximadamente, en madejas a una
20. temperatura de 100 a 105°C. Las propiedades de los filamentos tratados y sin tratar se comparan en la tabla.

EJEMPLO 6.

25. Se sumergió una estopa de denier 1.200 compuesta de filamentos de denier 6 en agua a 95°C durante 10 segundos y, como resultado de ello, se contrajo en un 24,0%. La estopa tratada y una segunda muestra que había sido solamente estirada con vapor de agua y lavada fueron secadas en madejas a 80°C. durante un cuarto de hora aproximadamente.

30. Las propiedades de rizado de las dos muestras aparecen comparadas en la Tabla. No se indica ninguna cifra

25 83 97



para la tenacidad del rizado de la muestra de control,
puesto que las determinaciones ordinarias son inseguras
cuando la extensibilidad es inferior al 3% aproximadamente.



268797

T A B L A

	<u>Fibra</u>			
	<u>Denier</u>	<u>Tenacidad (g/denier)</u>	<u>% Extensi- bilidad.</u>	<u>Tenac. (g/de</u>
<u>Ejemplo 1.</u>				
Filamentos sin tratar	-	3.44	30.2	2.0
Filamentos tratados	-	3.45	46.3	2.7
<u>Ejemplo 2.</u>				
Filamentos de control	-	-	40.1	1.9
Filamentos tratados	-	-	60.3	2.6
<u>Ejemplo 3.</u>				
Filamentos de control	-	-	43.3	1.7
Filamentos tratados	-	-	58.0	2.4
<u>Ejemplo 4.</u>				
Filamentos de control	2.95	-	-	-
Filamentos tratados	3.27	-	-	-
<u>Ejemplo 5.</u>				
Filamentos de control	9.01	3.74	42.6	1.1
Filamentos tratados	9.28	3.29	60.9	2.0
<u>Ejemplo 6.</u>				
Filamentos de control	aprox. 6.0	-	-	-
Filamentos tratados	6.24	-	-	-



T A B L A

Fibra	Nuño		Rizado		% de contracción potencial	
	% Extensi- bilidad.	Tenacidad (g/denier)	% Extensi- bilidad	Tenacidad (g/denier)		% Extensi- bilidad
	30.2	2.00	19.3	1.26	4.1	5.5
	46.3	2.78	42.9	1.79	23.9	0.5
	40.1	1.94	27.3	0.96	5.9	6.5
	60.3	2.29	51.7	1.41	20.1	1.1
	43.3	1.79	29.8	0.92	8.1	8.2
	58.0	2.49	46.7	1.42	23.3	3.6
-	-	-	-	0.96	4.2	7.0
-	-	-	-	1.31	30.8	1.4
	42.6	1.79	25.3	1.00	3.5	4.5
	60.9	2.21	44.3	1.70	26.9	1.2
-	-	-	-	-	Menos de 3	6.5
-	-	-	-	1.42	28.5	1.0

26 83 97-5



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

5. indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 6 de julio de 1960,

10. bajo el nº 23584/60, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los convenios internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para tratar filamentos de poliacrilonitrilo"; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1º.- Procedimiento para tratar filamentos de poliacrilonitrilo, caracterizado porque comprende la inmersión de los filamentos no secados en un baño acuoso a una temperatura de éste de 80 a 95°C. y bajo condiciones que permitan a los filamentos contraerse, y seguidamente
20. el secado de los filamentos bajo una tensión no superior a 10 miligramos por denier.

2º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la temperatura del baño se halla comprendida entre 85 y 92°C.

25. 3º.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque los filamentos son sumergidos, mientras se hallan en movimiento, en una corriente desplazada en igual dirección de licor del baño.

30. 4º.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el tiempo de

287



inmersión de los filamentos en el baño no es superior a 60 segundos.

5. 5º.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el baño contiene una pequeña cantidad de un disolvente para la fibra.

6º.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el baño contiene aproximadamente un 3% por peso de tiocianato sódico.

10. 7º.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque los filamentos son secados bajo una tensión de 3 a 5 miligramos por denier.

15. 8º.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque los filamentos son secados a una temperatura de 80 a 140°C.

9º.- Procedimiento, según la reivindicación 8, caracterizado porque la temperatura de secado no es superior a 120°C.

20. 10º.- Procedimiento para tratar filamentos de poliacrilonitrilo; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 5 de Julio de 1961.

COURTAULDS LIMITED.

D. GÓMEZ ACILLO, Abogado