

PATENTE DE INTRODUCCION

SC. 948 b - Polymères cyanés
Animalisation par bases
azotées à chaîne courte.

271448

271448



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento de tratamiento del poliacri-
lonitrilo y sus copolímeros, para permitir
su tinte por colorantes ácidos ".

Solicitante:

SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES MONTE-POULENC,
entidad francesa, residente en 21 Rue
Jean-Goujon, PARIS, Francia.

Este invento se refiere a un procedimiento
de tratamiento de materias artificiales polímeras y,
mas especialmente, a un procedimiento para facilitar
la tinción del poliacrilonitrilo y de sus copolímeros.

5.

Es sabido que ciertas materias artificiales



271448

5. que contienen grupos nitrilos, de los que el poli-
acrilonitrilo es un ejemplo clásico, pueden trans-
formarse en hilos, películas, etc. dotados de ex-
celentes propiedades mecánicas, pero que solamente
tienen una afinidad muy pequeña o nula para los co-
lorantes ácidos, tales como los que se utilizan para
la tintura de la lana.

10. Este invento se refiere a un procedimiento
de tratamiento de esas materias artificiales polí-
meras, que les comunica afinidad para los colorantes
ácidos, y las hace aptas para teñirse sometidas a
su acción.

15. De acuerdo con este invento, se hacen reac-
cionar en solución el poli-acrilonitrilo y sus copo-
límeros, con cantidades apreciables de bases nitro-
genadas orgánicas convenientes en presencia de un
ácido sulfónico. Por "cantidades apreciables" deben
entenderse cantidades superiores a las que pueden
existir en estado de impurezas, en las materias polí-
20. meras. Las materias polímeras así tratadas, tienen
afinidad para los colorantes ácidos. De acuerdo con
los reactivos especiales utilizados, se obtienen re-
sultados distintos, en cuanto a la afinidad tintorial
proporcionada a los polímeros tratados, pero es fácil
25. determinar, para un polímero dado, la base que mejor
conviene y el ácido que, con esta base, proporciona
los mejores resultados.

30. Este invento se aplica a los polímeros o
copolímeros sintéticos que contienen grupos nitrilos.
Pueden citarse, por ejemplo, el poli-acrilonitrilo y



271448

los copolímeros del acrilonitrilo con la acrilamida, con los esterres acrílicos, etc.

5. Las bases orgánicas nitrogenadas utilizables de acuerdo con este invento, pueden ser las bases primarias o secundarias alifáticas o alicíclicas que tengan como máximo 10 átomos de carbono en su molécula, tales como la dietilamina, la butilamina, la etilenodiamina, la hexametilendiamina, la decametilenodiamina, y la ciclohexilamina. Los resultados tintoriales se van haciendo rápidamente menos buenos en cuanto se excede el número de 10 átomos de carbono en la molécula.
10. Como ácido sulfónico utilizable de acuerdo con este invento, puede emplearse, por ejemplo, los ácidos benceno-, tolueno-, metano-sulfónicos, etc. Eventualmente pueden usarse otras sustancias de naturaleza ácida, susceptibles de activar la reacción, tales como el cloruro de cinc, el ácido bórico, el fluoruro de boro, etc.
15. La base nitrogenada orgánica y el ácido sulfúrico, pueden utilizarse en proporciones equimoleculares, por ejemplo en forma de sal, pero pueden también emplearse proporciones distintas.
20. Los pesos de ácido y de base pueden variar en varias proporciones. Consecuentemente es ventajoso que represente de 3 a 15% del peso total de mezcla de reacción.
25. El tratamiento de la materia artificial polímera, se realiza con el polímero en solución. La base y el ácido, o la sal de la base con el ácido,
- 30.



271448

- en presencia o no de un exceso de ácido o de base, se añaden a la solución y esta última se eleva a una temperatura suficiente para provocar la reacción. En general, es conveniente una temperatura comprendida entre 80 y 150°. La duración de contacto varía de varios minutos a bastantes horas, según la naturaleza de los reactivos en presencia, y la temperatura empleada. En cada caso particular pueden determinarse fácilmente las condiciones óptimas, controlando la afinidad tintorial de los productos obtenidos, lo cual puede realizarse muy sencillamente, por ejemplo del modo que sigue: Se evaporan muestras de la solución y se trata el sólido en baño acético-sulfúrico en la ebullición, durante 1 hora, por un colorante ácido tal como el cianol F.F.4; se lava con agua hirviendo hasta que el agua de lavado sea incolora, y se observa la intensidad de la coloración del producto.

- Los ejemplos siguientes aclaran el tratamiento de soluciones de polímeros de acuerdo con este invento; estas soluciones dan por evaporación, artículos sólidos que fijan los colorantes ácidos en las condiciones anteriormente indicadas. De acuerdo con las condiciones en las que se lleva a cabo la evaporación de la solución, el artículo sólido puede obtenerse en forma de hilos, películas etc.

- EJEMPLO 1 - A 60 partes de una solución al 16,7% de poliacrilonitrilo en la dimetilformamida, se agregan 3,5 partes de ácido p-tolueno-sulfónico y 2,0 partes de butilamina. Se calienta la mezcla



24 Oct 1967
271448

30 minutos al baño María, en ebullición o 15 minutos a 120°C.

Se vierte la solución para formar una película, y se seca. Así se obtiene una película dotada de afinidad para los colorantes ácidos.

5.

Los ejemplos siguientes aclaran otros métodos de tratamiento del poliacrilonitrilo y de sus copolímeros; los polímeros obtenidos ofrecen en todos los casos afinidad para los colorantes ácidos, cuando se tratan de acuerdo con el método antes descrito.

10.

EJEMPLO 2 - A 60 partes de una solución al 16,7% de poliacrilonitrilo en la dimetilformamida, se añaden las composiciones siguientes: ácido sulfónico, 3,5 partes; hexametilendiamina, 2,2 partes.

15.

Se hace reaccionar la mezcla durante 30 minutos al baño María en ebullición, o durante 15 minutos a 120°C.

EJEMPLO 3 - A 60 partes de una solución al 16,7% de poliacrilonitrilo en la dimetilformamida, se añaden 4,4 partes de p-toluenosulfonato de etilendiamina básico (obtenido por adición de una molécula de ácido p-tolueno sulfónico a una solución acuosa de una molécula de etileno diamina y evaporando la mezcla a sequedad bajo presión reducida). Se calienta la solución durante 30 minutos al baño María en ebullición.

30.

EJEMPLO 4 - A 60 partes de una solución al 16,7% de poliacrilonitrilo en la dimetilfor-



271448

- manida, se añaden 4,6 partes de p-toluenosulfonato de butilamina y 0,5 parte de cloruro de cinc anhidro. Se calienta la mezcla durante 15 minutos a 140°.
5. EJEMPLO 5 - A 60 partes de una solución al 16,7% de poliacrilonitrilo en la dimetilformamida, se agregan 3,5 partes de ácido p-tolueno sulfónico y 4 partes de ciclohexilamina. Se calienta la mezcla durante 15 minutos a 140°.
10. EJEMPLO 6 - A 60 partes de una solución al 16,7% de poliacrilonitrilo en la dimetilformamida, se agregan 3,5 partes de ácido p-tolueno sulfónico y 3 partes de dietilamina. Se calienta la mezcla durante 15 minutos a 140°.
15. EJEMPLO 7 - A 60 partes de una solución al 16,7% de un copolímero de poliacrilonitrilo y de acrilato de metilo (que contenga 1 parte de acrilato por 9 partes de acrilonitrilo), se añaden 3,5 partes de ácido p-tolueno sulfónico y 4 partes de ciclohexilamina. Se calienta durante 15 minutos a 140°.
20. EJEMPLO 8 - A 60 partes de una solución al 16,7% de un copolímero de poliacrilonitrilo y de acrilamida (que contenga 1 parte de acrilamida por 9 partes de poliacrilonitrilo), se añaden 3,5 partes de ácido p-tolueno sulfónico y 4 partes de ciclohexilamina. Se calienta la mezcla durante 15 minutos a 140°.
25. EJEMPLO 9 - A 120 partes de una solución de poliacrilonitrilo en la dimetilformamida, se añaden 3,2 partes de metanosulfonato de butilamina
- 30.

240



271448

y 1,4 partes de butilamina. Se calienta la mezcla durante 15 minutos a 140-145°.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza
5. 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; siendo lo que constituye la esencia
10. del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España: "PROCEDIMIENTO DE TRATAMIENTO DEL POLIACRILONITRILLO Y SUS COPOLÍMEROS, PARA PERMITIR SU TENIDO POR COLORANTES ÁCIDOS"; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1º.- Procedimiento de tratamiento del poliácridonitrilo y sus copolímeros, para permitir su ténido por colorantes ácidos; caracterizado por consistir en hacer reaccionar el poliácridonitrilo o sus copolímeros, en solución, con cantidades apreciables de bases nitrogenadas orgánicas, alifáticas o alicíclicas, primarias o secundarias, que tengan como mínimo 10 átomos de carbono en su molécula, en presencia de un ácido sulfónico y, eventualmente, de otras sustancias de naturaleza ácida.
20. 2º.- Procedimiento de tratamiento del poliácridonitrilo y sus copolímeros, para permitir su ténido por colorantes ácidos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.
25. 30.

[Handwritten signature]

24 OCT. 1961

Madrid,

SOCIETAT DES USINES CHIMIQUES
MONTEBOULON.

J. GOMEZ GIL Y MODEI