

12 SEP. 1964

P.- 27.078



Pos-5290 Asahi

301217

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 19 de junio de 1.964, con el N° 301.217

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA, entidad japonesa, establecida en 25-1, Dojimahamadori-1-chome, Kita-ku, Osaka, Japón, por:

"UN METODO DE PRODUCIR UNA FIBRA ACRILICA ALTAMENTE ENCOGIBLE"

---

La presente invención se refiere a un método de producir fibras acrílicas que tienen un alto encogimiento determinado y son útiles como materia prima para la producción de hilaturas altamente voluminosas.

Se conocen varios métodos para producir hilaturas altamente voluminosas. Por ejemplo, se rompen estopas por estiramiento después de haber sido estiradas en caliente por un Turbostapler o un convertidor pacífico o similar, que es-



125

tán equipados con un mecanismo de estirado seco en caliente. Aproximadamente 30 a 70 por ciento de la estopa así rota se relaja con vapor y se entreteje con fibra no relajada. Esta hilatura se trata después a alrededor de 100°C en presencia de agua para producir volumen haciendo que encoja la fibra no relajada. En otro método, las estopas se estiran en caliente, se rizan, y se cortan para hacer una hebra encogible, que después se entreteje con una hebra regular, y la hilatura así producida se trata a alrededor de 100°C en presencia de agua para producir volumen haciendo que encoja la fibra encogible. En el primer método, se utilizan corrientemente las máquinas hiladoras de estambre y las longitudes cortadas de mechas son largas generalmente, y por tanto el diagrama de hebra de la fibra cortada es sesgado, lo que dará como resultado un mejor tacto de los productos finales. Por otro lado, el coste del hilado es generalmente alto, y el hilado de mezcla con otras hebras de longitudes de corte definidas es difícil. En el último método, es posible seleccionar cualquier longitud de corte cuando se necesita, pero la longitud de corte se selecciona usualmente de modo que la fibra cortada se hila convenientemente con las máquinas hiladoras para fibras sintéticas aun cuando la calidad de tacto de los productos finales se sacrifica en este caso hasta cierto punto. Cuando se compara con el primer método, el último tiene algunas ventajas en los detalles de que el coste de hilado es bajo, y en que es posible el hilado de mezcla con otras fibras de longitudes definidas, tales como algodón, hebras de rayón, y otras sintéticas.

Los requerimientos para hebras para producir ex-



12

celentes hilados altamente voluminosos son el encogimiento constante y los rizos aplicados a la fibra hasta el grado que sea necesario, que depende del procedimiento de hilado.

El objeto de la presente invención es proveer un método de fabricar fibras de mecha acrílica rizada que pueden producir siempre el encogimiento requerido.

Uno de los presentes inventores descubrió un método de fabricar fibras acrílicas altamente voluminosas que está expuesto en la patente japonesa Nº 285.003. De acuerdo con este método, el polímero acrílico se disuelve en un disolvente, y la solución se extruye en un baño de coagulación acuoso, y los filamentos coagulados se lavan con agua para eliminar el disolvente, y después la fibra se estira en caliente (estiramiento primario), se seca, se relaja a más de 120°C en presencia de agua para hacerla encoger, se estira de nuevo (estiramiento secundario) a una temperatura por debajo de 100°C en agua y después se seca. Después de esto se han hecho posteriores progresos, de modo que podemos conseguir la fibra de encogimiento constante con rizos satisfactorios, que se necesitan para una marcha suave del hilado, y por fin llegamos a la presente invención.

Aparte del método arriba mencionado de la Patente Japonesa Nº 285.003, en el que las fibras se secan directamente después del estiramiento en caliente secundario, las fibras se enfrían a una temperatura por debajo de 90°C bajo una tensión, se sumergen en agua a una temperatura por debajo de 90°C, se rizan, y se secan después finalmente a la misma temperatura mencionada arriba de modo que podemos producir las fibras de encogimiento constante con rizos adecuados para la marcha suave del hilado en la presen-

301217



te invención. Además, el método detallado de producir fi-  
bras acrílicas con encogimiento constante y rizos adecua-  
dos es como sigue. Una fibra acrílica que se ha hilado en  
un medio acuoso, se ha lavado con agua, y se ha estirado  
5 en caliente, se seca en un secador primario, se relaja a  
una temperatura de más de 110°C, se estira en caliente de  
nuevo en agua a una temperatura por debajo de 100°C, pre-  
feriblemente entre 100°C y 60°C, y después se enfría prime-  
ro en agua a una temperatura por debajo de la temperatura  
10 de estiramiento en caliente secundario bajo tensión, prefe-  
riblemente entre 90°C y la temperatura ambiente, y se sumer-  
ge de nuevo en agua a una temperatura más alta que la tem-  
peratura de enfriamiento mencionada arriba, preferiblemente  
entre 90°C y 40°C, se riza, y se seca después finalmente en  
15 un secador a una temperatura por debajo de 95°C.

Las fibras que han sido estiradas en un baño de  
agua caliente están en una especie de estado metaestable  
y mostrarán distintos comportamientos de encogimiento según  
las condiciones de relajación. En este aspecto, las condi-  
20 ciones arriba mencionadas de la presente invención son ne-  
cesarias para obtener fibras altamente encogibles con en-  
cogimiento constante.

La etapa de enfriamiento efectuada inmediatamente  
después del estiramiento en caliente es el proceso más im-  
25 portante de la presente invención. Sin este enfriamiento,  
el encogimiento no sólo se reduce considerablemente, sino  
que muestra fluctuación apreciable de acuerdo con los cam-  
bios de las condiciones ambientales. Por ejemplo, el enco-  
gimiento de la fibra muestra la fluctuación de  $\pm 1-3\%$  cuan-  
do se omite el enfriamiento bajo tensión, pero la fluctua-  
30



ción puede rebajarse a  $\pm 1\%$  cuando la fibra se trata de acuerdo con el método de la presente invención.

Las fibras deben rizarse hasta el grado requerido de modo que puedan ser hiladas sin ninguna dificultad, Con este objeto, se llevan a una máquina de rizar tal como una máquina de rizar de rodillo después se calientan sumergiéndolas en un baño de agua caliente, o tratándolas con vapor, o pasándolas entre placas calentadas. En cualquier método de calentar las fibras, no podemos evitar que encojan hasta cierto punto. Si el control de la temperatura no se lleva a cabo satisfactoriamente durante este período de calentamiento, el encogimiento en el calentamiento fluctuará hasta un grado apreciable, que posteriormente dará como resultado una dificultad de controlar el encogimiento de la hilatura altamente voluminosa. En este aspecto, el método de inmersión en un baño de agua caliente en la presente invención es el más excelente. Otros métodos de calentar la fibra no son muy buenos con respecto al control de temperatura, y no son adecuados para producir la fibra con encogimiento constante. Por ejemplo, el método de calentar por tratamiento con vapor o pasando la fibra entre dos placas calientes dió como resultado la fluctuación de  $\pm 1-3\%$  que es muy indeseablemente demasiado grande desde el punto de vista práctico. La razón para restringir la temperatura hasta ser inferior a  $90^{\circ}\text{C}$  es reducir drásticamente el encogimiento al calentar a una temperatura más alta que ésta, y por consiguiente es difícil producir una hilatura altamente encogible con una fluctuación muy pequeña en el encogimiento. Es posible también aplicar un agente de engrasamiento para el hilado sobre la fibra en este baño de calentamiento.



La temperatura del secado secundario es también un factor importante para controlar el encogimiento de las fibras altamente encogibles. Es difícil obtener fibras altamente encogibles que tengan el alto encogimiento requerido si esta temperatura no se mantiene por debajo de 95°C.

El término "resina acrílica" y "fibra acrílica" aquí utilizado significa un homopolímero o copolímero o producto acabado que contiene más del 85 por ciento de acrilonitrilo. El comonomero comprende ácido acrílico, sus ésteres, acrilamida, ácido metacrílico, sus ésteres, metacrilamida, acetato de vinilo, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, sales del ácido p-estirensulfónico, sales del ácido metalilsulfónico, etc. Además, la presente invención puede aplicarse a cualquier procedimiento de hilado húmedo acuoso en el que use un disolvente orgánico, tal como dimetilformamida, dimetilacetamida, sulfóxido de dimetilo o similares; o un disolvente ácido inorgánico, tal como ácido nítrico, ácido sulfúrico o similares, como disolvente para el polímero acrílico.

Un entendimiento más amplio que la presente invención puede obtenerse recurriendo a los siguientes ejemplos ilustrativos, pero la presente invención no se restringe a ellos.

Ejemplo 1

Un copolímero, que consta de 92 por ciento en peso de acrilonitrilo y 8 por ciento en peso de metacrilato de metilo y que tiene un peso molecular de 55.000 se disolvió en 70 por ciento en peso de ácido nítrico a 0°C, del

301217



que se eliminó el ácido nitroso, en una concentración de polímero de 22 g. por 100 cc. de ácido nítrico. La solución de hilado resultante fué extruída en ácido nítrico de 31% en peso a 0°C a una velocidad de extrusión de 5 metros por minuto. Las fibras extruídas se lavaron con agua se estiraron hasta 2,5 veces su longitud en agua caliente a 70°C, y después hasta 3 veces en agua caliente a 100°C haciendo la relación total de estiramiento de 7,5 veces. Después de secar el contenido en agua de menos del 3 por ciento en el secador primario, las fibras se sometieron a una relajación a una temperatura de 130°C por medio de vapor saturado. Las fibras así tratadas por calor se estiraron hasta 1,28 veces en agua caliente a 100°C, y se enfriaron en agua a 50°C bajo tensión. Las fibras se calentaron después en agua caliente a 70°C, y se llevaron a una máquina de rizar de rodillo para rizarlas, y se secaron finalmente en un secador secundario a 80°C. Las fibras resultantes mostraron 17 por ciento de encogimiento al tratarlas en agua hirviendo a 100°C durante 10 minutos en un estado sin tensión. La fibra así producida tenía el denier total de 450.000, y un denier de filamento aislado de 3. La hebra encogible se produjo cortando esta estopa rizada.

Cuando se omitió la etapa de enfriamiento después del estiramiento arriba mencionada, el encogimiento se redujo al 14 y la fluctuación del encogimiento era apreciable. Cuando la temperatura del baño de agua caliente directamente delante del rizador se alteró en un amplio intervalo, los encogimientos de las fibras se redujeron a medida que bajó la temperatura, lo que se expone en la siguiente tabla:

301217



Temperatura del baño de agua (°C)	60	70	80	90	100
Encogimiento (%)	17	17	14	12	10

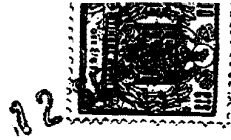
5 Cuando se alteró la temperatura del secador secundario, el encogimiento de las fibras producidas se redujo también a medida que bajó la temperatura, lo que se muestra debajo:

Temperatura del secador secundario	70	80	90	100	120
Encogimiento (%)	17	17	15	12	7

10 Ejemplo 2

15 Una solución de hilado de un copolímero de 91 por ciento en peso de acrilonitrilo y 9 por ciento en peso de acrilato de metilo en dimetilacetamida se extruyó en una solución acuosa de 6,5 por ciento (en peso) de dimetilacetamida a 30°C a una velocidad de extrusión de 6 metros por minuto. El peso molecular del copolímero era 60.000. Las fibras extruídas se sometieron a 4 sucesivas etapas de estiramiento de hasta 2 veces, 1,8 veces, 1,5 veces, y 20 1,5 veces en este orden llegando a la relación total de estiramiento de 8,1 veces, en cuatro soluciones acuosas de dimetilacetamida, 50% (40°C), 35% (70°C) y 30% (95°C), respectivamente, Subsiguientemente después de haber sido lavadas con agua, y secadas en el secador primario, hasta 25 que el contenido en agua llegó a ser de menos del 3 por ciento, las fibras se sometieron a relajación bajo tensión, por vapor saturado a 135°C, seguido de estiramiento hasta 1,45 veces en agua caliente a 98°C. Inmediatamente después de eso, las fibras se enfriaron en un baño de agua a 60°C bajo tensión.

30 301217



12

Después, tras haber sido calentadas en un baño de agua caliente a 65°C, las fibras se pasaron a través de un rizador de rodillos para el rizado y se secaron finalmente en el secador secundario a 70°C. La fibra así producida tenía el denier total de 250.000 y el denier de filamento aislado de 2,5. El encogimiento de la fibra medido por el mismo método que en el ejemplo 1 fué 26 por ciento.

Cuando se omitió el enfriamiento en un baño a 60°C, el encogimiento se redujo a 21 por ciento con apreciable fluctuación. El efecto de la temperatura del baño de agua caliente directamente delante de la máquina de rizar sobre el encogimiento fué notable como se muestra debajo:

Temperatura del baño de agua caliente (°C)	60	70	80	90	97
Encogimiento (%)	26	26	20	17	14

También fué notable el efecto de la temperatura de secado sobre el encogimiento, como se muestra debajo:

Temperatura del segundo secado (°C)	70	80	90	100	120
Encogimiento (%)	26	25	23	15	10

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Japón con fecha 20 de junio de 1.963, bajo el N° 31017/63 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

- 1.- Un método de producir una fibra acrílica



altamente encogible disolviendo resina acrílica en un disolvente, extruyendo la solución así obtenida en un baño de coagulación acuoso, lavando la fibra resultante con agua para eliminar el disolvente, estirándola en caliente en agua caliente, secándola, relajándola por calentamiento en presencia de agua a una temperatura superior a 110°C, estirándola en caliente de nuevo en agua a una temperatura inferior a 100°C, enfriando la fibra en agua, bajo tensión a una temperatura inferior a 90°C y menor que la del baño secundario de estirado en caliente, precalentando la fibra a una temperatura entre 90°C y la temperatura de enfriamiento arriba mencionada, y guiando entonces la fibra a una máquina de rizar para darle un grado de rizos apropiado, y secándola luego finalmente por debajo de 95°C.

2.- Un método de acuerdo con el punto 1 en que la resina acrílica es un copolímero de acrilonitrilo y metacrilato de metilo que contiene más de 85 por ciento en peso de unidades acrilonitrilo.

3.- Un método de acuerdo con el punto 1 en el que la resina acrílica es un copolímero de acrilonitrilo y acrilato de metilo que contiene más de 85 por ciento en peso de unidades acrilonitrilo.

4.- Un método de acuerdo con el punto 1 en el que el disolvente es ácido nítrico y el baño de coagulación acuoso es una solución acuosa de ácido nítrico.

5.- Un método de acuerdo con el punto 1 en el que el disolvente es dimetilacetamida y el baño de coagulación acuoso es una solución acuosa de dimetilacetamida.

6.- Un método de producir una fibra acrílica altamente encogible.

301217



Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

La presente memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,  
P.A.

12 SEP. 1964

Albino de la Cruz  
Por Pérez

301277

MCC: M. Obay