

PATENTE DE INVENCION 25 F



SC.2609 - "MELANGES FILABLES".

Memoria Descriptiva

sobre

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE MEZCLAS
SUSCEPTIBLES DE HILARSE".

30 8533

Solicitante: SOCIETE RHODIACETA, entidad francesa, residente
en: 21, rue Jean-Goujon, PARIS, Francia.

=====

Este invento se refiere a un nuevo procedi-
miento para la obtencion de mezclas, susceptibles de
hilarse, de materias de peso molecular elevado, que
sean muy homogéneas para hilarse sin dificultades, pro-
porcionando artículos textiles de buenas propiedades.



5. Con objeto de poder hilar una mezcla de varios polímeros, hasta ahora, se han transformado monómeros de distinta naturaleza, por copolimerización, por ejemplo de acrilonitrilo con acetato de vinilo. Así se ha creado un nuevo cuerpo químico que se disolvía en un disolvente único y se hilaba partiendo de la solución.

10. Otro procedimiento consiste en utilizar un disolvente común para los distintos componentes. Pero generalmente no es posible hilar de este modo más que componentes relativamente análogos, tales como, por ejemplo, el acetato de celulosa secundario y el triacetato de celulosa.

15. Se ha propuesto también el hilar fibras de doble componente. En este caso se alimenta el mismo cabezal de hilera por dos materias primas susceptibles de hilarse, poco diferentes una de otra desde el punto de vista químico. Al pasar por la hilera, se mezclan más o menos.

20. El objeto de este invento es un procedimiento de preparación de mezclas susceptibles de hilarse, de componentes de pesos moleculares elevados, de acuerdo con el cual se disuelve, con una gran dispersión, -en un disolvente o mezcla disolvente que no conduce forzosamente a una solución susceptible de hilarse,- una mezcla que comprende como mínimo 70% de uno de dichos componentes y hasta un 30% del otro, y luego, por un medio conocido, se elimina el disolvente de la solución homogénea.

25.

Dado que la mayoría de los procedimientos de hilatura utilizan, para hilar, orificios de hileras cuyos



diámetros están muy por debajo de 1 mm. la mezcla íntima de los distintos componentes ha de ser especialmente buena, con objeto de que no aparezcan partes faltas de homogeneidad en el producto hilado obtenido, y

5. es, precisamente el objeto de este invento el permitir la obtención de una mezcla íntima muy buena. Para ello, se disuelven los componentes en un disolvente común que, sin embargo, no se utiliza para el procedimiento de hilatura ulterior. Cuando la solución de estos componentes es homogénea en este disolvente, se elimina el disolvente de la solución, de acuerdo con un procedimiento conocido, de tal forma que no se produzca prácticamente la separación de los componentes.

10. El disolvente puede eliminarse por coagulación, por ejemplo verter la solución en un baño de precipitación agitado, o por evaporación, por ejemplo secando la solución por pulverización, o por cualquier otro medio adecuado, tal como la preparación de una película.

15. En todos estos casos se obtiene una mezcla íntima, absolutamente homogénea y casi molecular de los dos componentes, mezcla que se presenta en forma de pequeños pedazos, de granulados o de polvo, Después de la trituración, puede alimentarse una hilatura, con el polvo disuelto en otro disolvente adecuado para la hilatura en solución, o bien fundido para hilarse por el procedimiento de hilatura fundida.

20.

25.



Los productos obtenidos de acuerdo con este invento han de prepararse de tal modo que uno de los componentes se encuentre en la proporción del 70 % como mínimo. En el caso de hilatura en solución, se elige el disolvente de tal modo que posea buenas propiedades disolventes para el componente principal; en tal caso, el componente secundario está distribuido de modo muy homogéneo en la solución resultante. De este modo, pueden hilarse mezclas de componentes muy variados.

5.

10.

15.

20.

25.

El procedimiento de acuerdo con este invento permite obtener fibras que posean, a la vez, las características generales de las fibras constituidas únicamente por el componente preponderante, y algunas de las características propias del otro componente, lo cual puede ser interesante para modificar, casi a voluntad, las propiedades de las fibras artificiales y sintéticas conocidas. Así, por ejemplo, pueden obtenerse fibras de mezcla poliamida-acetato de celulosa, en la que domina la poliamida, que ofrezcan las propiedades generales de las fibras de poliamida, pero con una electrización estática mas reducida. Inversamente, fibras de mezcla de estos dos componentes, pero con una proporción preponderante de acetato de celulosa, ofrecen las propiedades generales de las fibras de acetato de celulosa, desde luego con una flexometría más elevada.

Los ejemplos siguientes se facilitan a título indicativo, y no limitativo, para aclarar este invento.



EJEMPLO 1 - Se disuelven a la temperatura ambiente 3 kg de acetato de celulosa secundario y 17

kg de polihexametileno adipamida en 800 litros de ácido fórmico al 90 % en peso, agitando enérgicamente. A

5. continuación se vierte esta solución en 4000 litros de agua destilada, con agitación enérgica. Se produce un precipitado en forma de copos que se filtra, se lava hasta eliminar toda traza de ácido, y luego se seca.

10. El material obtenido se hila en un aparato para hilatura fundida, de acuerdo con el procedimiento corriente para las poliamidas, en hilos de denier 15, que se estiran luego.

15. Estos hilos tienen una electricidad estática de 550 voltios, frente a 750 para los hilos de polihexametileno adipamida pura.

EJEMPLO 2 - Se disuelven, a la temperatura ambiente,

2 kg de acetato de celulosa secundario y 18 kg de policaprolactam, en 800 litros de ácido fórmico al 90 % en peso, agitando enérgicamente. Se vierte esta solución en 4000 litros de agua destilada, con agitación enérgica. Se produce un precipitado en forma de copos, que se filtra, se lava hasta eliminar la acidez y se seca.

20. El material obtenido se hila con un aparato para hilatura fundida de acuerdo con el procedimiento corriente para las poliamidas, en hilos de denier 5, que se estiran luego.

Estos hilos presentan una electricidad estática

3 0 8 5 3 3



1965

de 620 voltios, en lugar de 780 para los hilos de policaprolactam puro.

- EJEMPLO 3 - A la temperatura ambiente y con agitación enérgica, se disuelven 9 kg de acetato de celulosa secundario y 1 kg de policaprolactam, en 400 litros de ácido fórmico al 75 % en peso. Luego se vierte lentamente esta solución en 2.000 litros de agua destilada, enérgicamente agitada. Se filtra en vacío el precipitado que se ha formado en copos finos, y se le lava hasta eliminar toda acidez. A continuación se tritura el producto obtenido, para conseguir granos de una dimensión de algunos milímetros de diámetro, y se le seca a la estufa, entre 40 y 50°C.

- Se amasan 2,5 kg de la masa obtenida, con 6,7 kg de acetona, en una mezcla homogénea que se hila de acuerdo con un procedimiento corriente de filatura en seco, a través de una hilera cuyos orificios tienen un diámetro de 0,08 mm. en una cuba de filatura alimentada con aire caliente.

- Los hilos obtenidos tienen una flexometría de 15650 a 17670, mientras que hilos de acetato de celulosa secundario, puro, solo ofrecen una flexometría de 8270 a 8460.

- EJEMPLO 4 - Se disuelven 950 g de acetato de celulosa secundario y 50 g de policaprolactam en un matraz que contenga una cantidad suficiente de ácido fórmico a 90° para lograr una solución al 3-10 % en peso.

308533



- Luego se vierte la solución férmica, lentamente, agitando de modo enérgico, en agua destilada, a fin de provocar la precipitación. Luego se filtra en vacío el precipitado, de modo muy activo, se lava a fondo con agua destilada hasta la eliminación de toda acidez, se seca de modo corriente y la materia seca se reduce a polvo. Se disuelve el polvo así obtenido en acetona, para preparar una solución de hilatura al 25% de materia seca, en peso, y se hila por hilatura en seco.
- 5.
- 10.

- EJEMPLO 5 - De modo análogo se prepara una mezcla, susceptible de hilarse, de 700 g de acetato de celulosa secundario y de 300 g de policaprolactam. La mezcla pulverulenta de los dos componentes así obtenida, se disuelve, agitándola, en acetona; se transforma en una solución susceptible de hilarse, con el 34% de materia seca, en peso, que se prepara en forma de hilo, por hilatura en seco.
- 15.

- El policaprolactam que se utiliza en los ejemplos 4 y 5, puede desde luego substituirse por polihexametileno adipamida.
- 20.

- EJEMPLO 6 - En un matraz de reflujo, y con agitación, se disuelven 850 g de policaprolactam y 150 g de acetato de celulosa secundario, en ácido acético glacial en ebullición, suficiente para formar una solución al 3-10% en peso. La solución acética caliente, se vierte lentamente y con agitación violenta, en agua destilada. Se filtra el precipitado grumoso en embudo
- 25.



- Büchner, aspirando a fondo; se lava perfectamente con agua destilada, hasta la eliminación de toda acidez, y se reduce a polvo el producto previamente secado. El material así obtenido puede hilarse por
5. hilatura fundida de acuerdo con el procedimiento corriente. El hilo obtenido puede estirarse luego.
- EJEMPLO 7 - Se procede como en el ejemplo 6, pero en lugar de policaprolactam, se utiliza polihexametileno adipamida.
10. EJEMPLO 8 - Se disuelven, agitando, 900 g de acetato de celulosa secundario y 100 g de cloruro de polivinilo, en la cantidad necesaria de tetrahidrofurano, a temperatura ambiente, para formar una solución al 3-10% en peso. Se seca esta solución, por
15. pulverización a 50°C y bajo 100 mm. de mercurio.
- El producto así obtenido se disuelve en acetona, con agitación, para transformarlo en una solución susceptible de hilarse, al 27 % de materia seca, en peso, y se hila como de costumbre, por hilatura en seco.
- 20.
- EJEMPLO 9 - En un matraz de reflujo y con agitación, se disuelven 900 g de acetato de celulosa secundario y 100 g de tereftalato de polietileno, en una cantidad suficiente de butirrolactona a ebullición,
25. para obtener una solución al 3-10 % en peso. La solución caliente se vierte, lentamente y agitando de



modo enérgico, en agua destilada. Se filtra en vacío el precipitado en copos, se le lava con agua destilada y a continuación, dos veces con metanol, para eliminar toda traza de lactosa. Se seca luego a 40°C.

5. Este material se disuelve en acetona, con agitación, se transforma en una solución susceptible de hilarse, al 27 % de materia seca, en peso, y se convierte en hilo por hilatura en seco, como de costumbre.

- EJEMPLO 10 - Se disuelven, con agitación, 900 g de acetato de celulosa secundario y 100 g de poliacrilonitrilo, en una cantidad de dimetilformamida suficiente para formar una solución al 3-10% en peso, que se vierte en caliente en agua destilada, lentamente y con agitación enérgica. Se filtra el precipitado, en vacío, se lava y se seca.

15. El producto se disuelve en acetona, agitando, para obtener una solución susceptible de hilarse, al 27 % de materia seca en peso, y se hila luego, como de costumbre, utilizando el procedimiento de hilatura en seco.

- EJEMPLO 11 - En un matraz con reflujo y agitando, se disuelven 900 g de triacetato de celulosa y 100 g de cloruro de polivinilo en una cantidad de dimetilformamida calentada a unos 105°C, suficiente para obtener una solución al 3-10 %. Esta temperatura no debe rebasarse; en caso contrario, la solución amarillearía.



- Después del enfriamiento, se vierte esta solución en agua destilada, lentamente y agitando con energía. Se filtra en vacío el precipitado, se le lava con agua y metanol y luego se seca. El producto, con agitación y en caliente, se disuelve en una mezcla de ácido acético glacial y de ácido fórmico concentrado (1:1) en volúmen. Se transforma en una solución susceptible de hilarse, al 16 % de materia seca en peso, y se hila un cable por hilatura húmeda, utilizando como baño de precipitación, una solución acuosa, diluida, de ácido acético.
- 5.
- 10.

- EJEMPLO 42 - En un matraza provisto de un refrigerante de reflujo y con agitación, se disuelven 950 g de cloruro de polivinilo y 50 g de tereftalato de polietileno, en una cantidad suficiente de o-clorofenol, calentado a 80-100°C, para obtener una solución al 3-5% en peso. No debe de calentarse a una temperatura superior, para evitar el ennegrecimiento de la solución. Se vierte la solución caliente lentamente y con agitación enérgica, en etanol acuoso al 50 % en volúmen. Se filtra en vacío el precipitado fibroso obtenido, se la lava con etanol diluido, hasta que no exista olor, y se le seca.
- 15.
- 20.

- El producto se disuelve, agitando, en una mezcla de acetona-sulfuro de carbono (1:1) en volúmen, para obtener una solución susceptible de hilarse,
- 25.

308533



al 30 % de materia seca en peso, que se hila por el procedimiento de hilatura en seco. Los hilos obtenidos, pueden todavía estirarse luego.

EJEMPLO 13 - De acuerdo con el ejemplo 6, se prepara

5. un producto partiendo de policaprolactam y acetato de celulosa secundario. Los hilos obtenidos de este modo se tratan durante 24 horas en una solución amoniacal al 10 % en peso, para transformar el acetato de celulosa en celulosa, y se lava
10. luego con agua destilada.

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 se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en
15. Alemania con fecha y número siguiente: 25 de enero de 1964, DPA D 43.447 IVc/29b, 19 de junio de 1964, DPA
20. D 44.722 IVc/29b, accogiéndose 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
25. de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDI-
MIENTO DE PREPARACION DE MEZCLAS SUSCEPTIBLES DE
HILARSE"; caracterizándose por lo siguiente:

308533



- 1.- Procedimiento de preparación de mezclas susceptibles de hilarse, de materias de peso molecular elevado, caracterizado por el hecho de que los componentes de peso molecular elevado utilizados, se disuelven con una gran dispersión, en un disolvente o en una mezcla disolvente, que no conduce forzosamente a soluciones susceptibles de hilarse, y de que se elimina luego, en alto grado, el disolvente, bien por evaporación, bien por precipitación o por cualquier otra operación corriente, de tal modo que no pueda producirse prácticamente la separación de los componentes.
- 5.
- 10.

- 2.- Procedimiento de preparación de mezclas susceptibles de hilarse; tal y como queda descrito substancialmente en la presente Memoria.
- 15.

Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 25 ENE 1965

SOCIEDAD RHODIACETA.

J. GOMEZ ACEBO Y MORENO