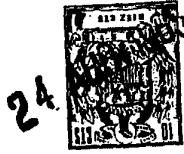


24 ABR 1965

309143 P.- 28.587

File nº. (553)-PT-12.



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 9 de Febrero de 1.965, con el núm. 309.143

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de TOHO RAYON KABUSHIKI KAISHA, entidad japonesa,
establecida en 6, Tori 3-chome Nihombashi, Chuo-ku, Tokio,
Japón, por:

"UN METODO PARA REGENERAR SOLUCIONES ACUOSAS CONCENTRADAS DE
SISTEMAS DE CLORUROS DE ZINC".

La presente invención se refiere a un método para
purificar una solución salina acuosa concentrada que compren-
de cloruro de cinc, y más en particular a un método tal como
el mencionado anteriormente, en el que dicha solución salina,
5 como disolvente de polímero o copolímero de acrilonitrilo, -
comprende solamente cloruro de cinc, o principalmente cloru-
ro de cinc junto con uno o más de los compuestos cloruro cá-
dico, cloruro cálcico, cloruro de magnesio, cloruro amónico -
y similares, mediante el cual método se eliminan y/o desacti-
10 van las impurezas orgánicas activas presentes en dicha solu -

3 0 9 1 4 3



ción, tales que afecten de forma perjudicial a la polimerización.

5 Según la presente invención, la solución acuosa concentrada de cloruro de cinc o mezcla de sales, anteriormente-
mencionada, se recupera o regenera a partir de tal solución,
una vez usada como disolvente para polimerización, eliminando
y/o desactivando las impurezas orgánicas activas, con el fin
de no comunicar influencias inconvenientes a la reacción de
10 polimerización, mediante adición de peróxido de hidrógeno, en
presencia de un compuesto o compuestos básicos, a dicha solu-
ción salina, y mantenimiento de dicha solución a una tempera-
tura por lo menos igual a 90°C, y más preferiblemente de 95 -
a 100°C.

15 Hasta ahora, la solución acuosa concentrada que
comprende cloruro de cinc se ha venido usando como disolvente
para la polimerización o copolimerización homogénea en solu-
ción del acrilonitrilo. Se ha observado a menudo que cuando
tal solución salina se usa repetidamente para este fin, los
compuestos orgánicos activos que se acumulan en ella tienen
20 influencias inconvenientes sobre la reacción de polimeriza-
ción. En la manufactura de fibras acrílicas se usan ésteres
acrílicos tales como acrilato de metilo, acrilato de etilo -
y similares; ésteres metacrílicos tales como metacrilato de
metilo; o acetato de vinilo; y similares, como monómero que
25 se ha de copolimerizar por adición con acrilonitrilo, y
además se usan también el ácido vinilsulfónico, ácido alil -
sulfónico, ácido metalilsulfónico, ácido vinilbencenosulfóni-
co, o sales sódicas de los mismos, para mejorar la capacidad
de tinción. Algunos de ellos, que tienen elevados puntos de
30 ebullición, o que no son volátiles, permanecen en parte en el



disolvente después de haber terminado la polimerización. So -
bre todo, cuando la solución de hilado se prepara directa y -
continuamente a partir del monómero, usando como disolvente -
una solución salina acuosa concentrada que comprende cloruro -
5 de cinc, inevitablemente se acumulan en dicha solución el -
monómero no volátil o compuestos de menor grado de polimeri -
zación formados al final de la reacción. También se añade -
óxido de titanio, o similar, en la manufactura de fibras sin
lustre o tipo mate. En tal caso se usan a menudo agentes ten -
10 soactivos que comprenden un ácido alifático superior, o simi -
lar, como dispersante, con el fin de dispersar el óxido de ti -
tanio, con lo que tal agente tensoactivo permanece en el sis -
tema disolvente recuperado, después de haberse conseguido los
fines deseados. Las impurezas orgánicas anteriormente mencio -
15 nadas se denominan compuestos orgánicos activos, en la presen -
te Memoria descriptiva.

La solución de hilado que se ha preparado por po -
limerización en solución, y que conserva dichos compuestos or -
gánicos activos, se extruye in situ a través de boquillas o -
20 hileras hasta el baño de coagulación, que comprende una solu -
ción acuosa diluída de una sal o sales inorgánicas, para fa -
mar la mecha, con lo que la mayoría de dichos compuestos or -
gánicos activos se transfieren al baño de coagulación, debido
a su menor peso molecular.

25 Dado que el coagulante es una solución salina -
relativamente diluída, se concentra por evaporación, con ob -
jeto de volver a usarlo como disolvente para preparar solu -
ción de polímero o copolímero de acrilonitrilo, como solución
de hilado. Sin embargo, los compuestos orgánicos activos con -
30 tenidos en el disolvente provocan influencias inconvenientes,

3 0 9 1 4 3



5 debido al hecho de que consumen radicales resultantes del iniciador de polimerización, o radicales de polímero, de forma - que disminuyen extremadamente el rendimiento del polímero deseado, descolorando la solución de polímero, haciendo que sea frágil la fibra obtenida con el mismo, y disminuyendo la blan- cura de la fibra.

10 No se ha propuesto ningún procedimiento satisfacto - rio para eliminar y/o desactivar los compuestos orgánicos - activos disueltos en la solución concentrada de sal que com- prende principalmente cloruro de cinc. Aunque se puede usar - cualquier oxidante fuerte, no se puede obtener el efecto con- veniente, debido a las condiciones particulares existentes en la solución concentrada de cloruro de cinc. La Patente U.S. 2.746/840 ha proporcionado un procedimiento para eliminar - 15 iones metálicos mediante el uso de persulfato. Este método - anteriormente conocido no es satisfactorio, debido a que se descolora la solución de cloruro de cinc tratada por tal mé- todo y, además, cuando la solución tratada se usa como disol- vente de polimerización, el rendimiento del polímero y la - 20 viscosidad de la solución de polímero no son estables, y se - disminuye la blancura de la fibra obtenida a partir de la - misma. Así, no solo el efecto de purificación es insuficiente, sino que, además el persulfato hace que haya en la solución - tratada una gran cantidad de radicales de ácido sulfúrico, - 25 que no se pueden eliminar sin mucho trabajo y los consiguientes gastos. Los sistemas oxidantes de ácido clórico o ácido - nítrico son también insuficientes para eliminar y/o desacti- var los compuestos orgánicos que producen el radical de áci- do clórico o ácido nítrico, que afectan de forma perjudicial- 30 a la reacción.



Los autores de la presente invención han estudiado -
para hallar un método para eliminar y/o desactivar con efi-
cacia los compuestos orgánicos activos, sin originar los -
defectos anteriormente mencionados, han descubierto que el -
tratamiento de la solución salina con peróxido de hidróge -
no, en presencia de compuestos básicos, es notablemente efi-
caz.

Es bien conocido que el peróxido de hidrógeno se des -
compone fácilmente, desprendiendo oxígeno, en medio alcali-
no, pero que el poder de oxidación es muy débil en medio áci-
do. Sin embargo, el valor del pH. de la solución acuosa con-
centrada de cloruro de cinc es considerablemente bajo. Por-
ejemplo, es aproximadamente 0 en las soluciones al 60% en -
peso, y el valor del pH es aproximadamente igual a 1 en las
soluciones al 50% en peso. Aunque se intente elevar el valor
del Ph de la solución, es muy difícil hacerlo mayor de 3, -
y se puede producir la precipitación de hidróxido de cinc, -
lo que tiene efectos inconvenientes sobre la polimerización,
y provoca molestias en el almacenamiento o transporte de la
solución. Así, hasta ahora se ha considerado prácticamente -
imposible usar peróxido de hidrógeno para eliminar y/o desac-
tivar los compuestos orgánicos activos contenidos en la so-
lución salina concentrada del sistema de cloruro de cinc. -
Como se ha dicho anteriormente, los autr es de la presente -
invención han descubierto que el peróxido de hidrógeno se -
usa con eficacia, en presencia de un compuesto básico, para
eliminar y/o desactivar los compuestos orgánicos activos re-
tenidos en la solución concentrada de cloruro de cinc. Quan-
do se añade el compuesto básico en cantidad de por lo menos -
0,1% en peso, y más preferiblemente entre 0,4 y 1,0% en pe-

3 0 9 1 4 3

24



so, el peróxido de hidrógeno se activa, eliminando y/o desactivando con eficacia los compuestos orgánicos, a pesar del bajo valor del pH de la solución salina, tal como aproximadamente 2.

5 Entre dichos compuestos básicos se encuentran el óxido de cinc, hidróxido amónico, carbonato amónico, hidróxido sódico, carbonato sódico, óxido calcico, hidróxido cálcico, óxido de magnesio e hidróxido de magnesio. Sin embargo, en lo que se refiere a la solución de cloruro de cinc, el óxido de
10 cinc es el más preferible, puesto que es un compuesto de cinc, igual que dicha sal del disolvente. Se pueden usar, para su adición, mezclas de 2 o más de dichos compuestos básicos. Es conveniente seleccionar uno o más de dichos compuestos básicos, según los constituyentes de las sales del disolvente
15 presentes en la solución a tratar. Aunque se añada 1,0% en peso, o más, de compuestos básicos o mezcla de los mismos, el efecto de purificación apenas se mejora. En algunos casos, no se puede disolver la cantidad de compuesto básico en exceso. El exceso no solamente es inútil, sino que también puede
20 provocar molestias en el almacenamiento o transporte de la solución y, además, puede obstaculizar la polimerización.

 La determinación de la concentración de compuesto básico se hace según JIS - K1428 y JIS-K8111, donde la solución acuosa concentrada de sistema de cloruro de cinc se recoge como en cantidad de 10 g, como constituyente de cloruro de cinc puro, que se añaden a aproximadamente 10 ml. de agua,
25 y luego se añaden a la solución resultante varias gotas del indicador, solución de naranja de metilo (0,1%). Por valoración con ácido clorhídrico 1 N, la concentración de compuesto
30 básico se puede calcular por la siguiente ecuación, tomando -



como base el punto de viraje del indicador:

$$C = \frac{0,041 \times D}{S} \times 100$$

5 donde C representa la concentración de compuesto básico (% en peso), S significa el material a ensayar (g), y D es el ácido clorhídrico 1 N gastado (ml).

10 Una condición particularmente necesaria es reglamentar la cantidad de compuesto básico entre 0,4 y 1,0% en peso, para eliminar y/o desactivar los compuesto orgánicos activos, ya que en caso contrario se estorbaría a la polimerización. Cuando no se satisface esta condición, no se pueden alcanzar suficientemente los fines deseados. La presencia del compuesto básico hace que el peróxido de hidrógeno sea activo incluso en el medio ácido de la solución acuosa de cloruro de cinc. En la Tabla I se expone la variación del valor del pH de la solución acuosa de cloruro de cinc a la que se ha añadido óxido de cinc.

TABLA I.

Compuesto básico (% en peso)	0,2	0,4	0,6	0,8
20 Cloruro de cinc (% en peso).				
54	1,7	2,1	2,3	2,4
58	1,2	1,4	1,6	1,8
60	0,8	1,3	1,5	1,7

25 Con el fin de que quede claro el efecto del presente procedimiento para eliminar y/o desactivar los compuestos orgánicos activos, según la presente invención, en la Tabla II se exponen los resultados de ensayos en los que se usó solución acuosa concentrada de sistema de cloruro de cinc como disolvente para la polimerización de un monómero que compren-

30

3 091 43



5 día acrilonitrilo en cantidad de por lo menos 85% en peso, habiéndose purificado dicha solución tratando con peróxido de hidrógeno la solución salina, que ya se había usado como disolvente para la polimerización, recoido del baño de coagulación después de la operación de hilado, condensado y tratado con óxido de cinc, con objeto de controlar la cantidad de compuesto básico contenido en dicha solución en un valor igual a 0,6% en peso,, a una temperatura de 95°C. durante 60 min. La viscosidad se medirá como el tiempo (seg) que tarda en bajar 20 cm. por la solución de polímero una bola de acero de 0,315 cm. de diámetro, a una temperatura de 45°C. La transparencia se determinará con las condiciones de que la luz tenga una longitud de onda de 420 m/μ, y que la muestra tenga 20 mm. de espesor.

15

TABLA II

Peróxido de hidrógeno (% en peso)	Rendimiento de la polimerización (tiempo de polimerización = 6 horas.	Transparencia (%) (420 m/μ, célula de 20 mm).	Viscosidad. (seg).
0	89,5	53	85
0,1	90,7	55	98
0,2	92,5	58	113
0,3	94,3	62	133
0,4	94,6	65	130
0,5	94,5	66	131
0,6	94,5	65	132

25

Por los resultados anteriormente mencionados queda claro que el tratamiento con peróxido de hidrógeno contribuye mucho a elevar el rendimiento de la polimerización y a evitar que se descolore la solución de hilado. Es preferible usar más de 0,1% en peso de peróxido de hidrógeno

30



como constituyente puro, respecto a la solución a tratar, y de 0,3 a 1,0% en peso cuando los compuestos orgánicos - activos están presentes en mayor cantidad. La reacción se efectúa con eficacia a una temperatura de por lo menos - 90°C, y más preferiblemente de 95 a 100°C.

5 Por otra parte, haciendo variar el contenido de - compuesto básico presente en el sistema de reacción cuando - se efectúa el tratamiento de oxidación con peróxido de hidrógeno, se obtuvieron los resultados de la Tabla III, en la -
10 que el contenido en ácido se representa como % en peso de - ácido clorhídrico libre en la solución acuosa concentrada - de sistema de cloruro de cinc, y el contenido en compuesto básico se muestra como % en peso de compuesto básico en - la solución acuosa concentrada de sistema de cloruro de -
15 cinc. El tratamiento se realizó utilizando peróxido de - hidrógeno en cantidad de 0,4% en peso, como constituyente puro, con agitación, a una temperatura de 97°C. durante 30 min. El ensayo 1 de dicha tabla se efectuó con una solución acuosa concentrada de sistema de cloruro de cinc que no se -
20 había tratado.

TABLA III

Ensayo nº.	1	2	3	4	5	6	7	8
25 Contenido en ácido (%. en peso).	-	0,2	0,1	-	-	-	-	-
Contenido en com - puesto básico (% en - peso)	-	-	-	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8
30 Índice de bromo	7,58	6,75	6,38	2,63	0,80	0,32	0,28	0,22

309143



24

Tabla III. (Continuación)

Ensayo nº.	1	2	3	4	5	6	7	8
5	Indice de absorbancia de la solución tratada (longitud de onda: 265 m μ , célula de 10 mm).							
	10,7	0,93	0,80	0,68	0,60	0,59	0,50	0,43
	Carbono presente en la solución tratada (% en peso).							
	0,44	0,043	0,037	0,030	0,025	0,022	0,018	0,015
10	Rendimiento de la polimerización (%).							
	70,3	83,2	89,3	93,6	94,0	94,9	94,8	95,0

15 Por los resultados anteriormente mencionados, se ha descubierto que el tratamiento con peróxido de hidrógeno es más eficaz bajo las condiciones en las que el contenido en compuesto básico es mayor de 0,1% en peso. La solución se filtró inmediatamente después del tratamiento.

20 Con lo que antecede casi se ha conseguido la finalidad de la presente invención, pero cuanto permanecen el peróxido de hidrógeno sin reaccionar y compuestos orgánicos activos que no han reaccionado suficientemente, es preferible someter la solución a cualquier reducción adecuada, con el fin de eliminar y/o desactivarlos perfectamente, para que no se estorbe la polimerización. Como agente reductor se pueden considerar muchas sustancias, entre las cuales el polvo de cinc es la más eficaz. El

25 tratamiento con zinc se efectúa añadiendo al sistema de 0,1 a 0,3% en peso de polvo de cinc, bajo condiciones similares a las del tratamiento con peróxido de hidrógeno. Con objeto de hacer

30 la purificación más perfecta, se puede añadir carbón activo en cantidad de 0,1 a 0,2% en peso a la solución, después de termi-



nar el tratamiento con cinc, siendo las condiciones de reacción completamente las mismas que las del tratamiento con peróxido de hidrógeno.

5 La polimerización o copolimerización de acrilonitrilo en la solución acuosa concentrada de sal o sales inorgánicas - que se ha purificado según los tratamientos anteriormente mencionados, se pueden efectuar según cualquier procedimiento - usual. Sin embargo, puede transcurrir favorablemente usando - como iniciador de la polimerización un compuesto orgánico tal como alfa, alfa'- azo-bis-isobutilonitrilo, y similares, o -
10 compuestos oxidantes tales como peróxido de hidrógeno, persulfato amónico, persulfato potásico y persulfato sódico o catalizador redox, comprendiendo el oxidante anteriormente mencionado y el agente reductor tal como metabisulfito sódico o me -
15 tabisulfito potásico.

Quando se usa como disolvente la solución tratada - según la presente invención, el rendimiento de la polimerización se puede elevar a un valor suficiente después de un lapso de cierto tiempo, lo que prueba que este procedimiento también
20 es económicamente favorable, puesto que difícilmente se pierde sal del disolvente, tal como cloruro de cinc.

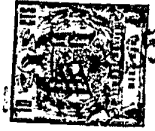
Se ha de observar que el procedimiento según la presente invención puede eliminar iones metálicos tales como ión - férrico o ferroso, de la solución acuosa concentrada de sales -
25 inorgánicas, así como los compuestos orgánicos activos.

El procedimiento según la presente invención se explicará a continuación con más detalle, solamente a título de ejemplo.

Ejemplo

30 Una solución de monómeros que comprendía 89,0 partes -

3 091 43



en peso de acrilonitrilo, 9,5 partes en peso de acrilato de -
metilo y 1,5 partes en peso de alil sulfonato sódico en 1000
partes en peso de solución acuosa concentrada de sales inorgá-
nicas, como se muestra en la columna A de la Tabla IV, se -
5 agitó lo suficiente y se polimerizó utilizando peróxido de -
hidrógeno como iniciador de la polimerización. La solución de
hilado resultante se extruyó a través de toberas de hilado, al
baño de coagulación, que comprendía 15% en peso de las mismas
sales que el disolvente, para formar la mecha. Las sales -
10 inorgánicas de la solución de hilado se transfirieron poco a
poco al baño de coagulación, junto con los monómeros sin reac-
cionar y las impurezas orgánicas solubles en agua formadas al
final de la reacción de polimerización. La concentración de las
sales inorgánicas presentes en el coagulante alcanzó aproxima-
15 damente 18% en peso, por lo menos. El agua y monómeros voláti-
les sin reaccionar se eliminaron de la solución a presión redu-
cida, de tal forma que la concentración de las sales inorgáni-
cas presentes en ella llegó a ser del 58% en peso. La solución
acuosa concentrada así tratada, que se designa como solución -
20 (1), se usó como disolvente para la polimerización. A 500 par-
tes en peso de la solución (1) se añadieron 44,5 partes en peso
de acrilonitrilo, 4,75 partes en peso de acrilato de metilo y
0,75 partes en peso de alil sulfonato sódico. La solución re -
sultante se agitó suficientemente, se añadieron 0,064 partes -
25 en peso de peróxido de hidrógeno como iniciador de la polime-
rización, y se dejó reposar durante 6 horas en el recipiente -
de reacción, que se mantuvo a una temperatura de 45°C. El ren-
dimiento de la polimerización, transparencia y viscosidad de -
la solución de polímero resultante se exponen en la columna B
30 de la Tabla IV, habiéndose determinado de forma análoga a la -



de la Tabla II. Como se vé por los resultados, es imposible -
efectuar la operación de hilado con suavidad y obtener una -
fibra excelente de alta blancura.

Por otra parte, a 1000 partes en peso de la solución -
5 (1) se añadieron los compuestos que se muestran en la columna
C de dicha tabla. La solución resultante se calentó y trató -
de tal forma que el contenido de compuesto básico presente se
pudo controlar en los valores que se muestran en la columna D.
Después se trató la solución por adición de peróxido de hidró -
10 geno, bajo las condiciones que se muestran en la columna E, -
con agitación, y se filtró después de completada la reacción,
de tal forma que se pudieran eliminar y/o desactivar las impu -
rezas orgánicas, para no afectar de forma adversa a la polime -
rización. En algunos casos se efectuó un tratamiento posterior -
15 con polvo de cinc y carbón activo, como se muestra en las colum -
nas F y G. La solución acuosa concentrada de las sales inorgá -
nicas, tratada según el procedimiento anteriormente descrito, -
que se designó como solución (2), fué clara y transparente, y -
apenas tenía impurezas orgánicas. Los resultados se exponen en -
20 la columna H, que muestra los efectos de la eliminación y/o -
desactivación de impurezas orgánicas según la presente inven -
ción. Los resultados de la polimerización usando la solución -
(2) como disolvente, de forma similar al caso de la solución -
(1), se exponen en la columna I, que demuestra que la solución -
25 salina recuperada o regenerada por la presente invención es sa -
tisfactoria como disolvente para la polimerización.

3 091 43



TABLA IV.

(A). Salas del disolvente.

Cloruro de cinc (% en peso)	58	54
Cloruro sódico (% en peso).	0	0
Cloruro amónico (% en peso).	0	4
Agua pura (% en peso).	42	42

(B). Polimerización con disolvente sin tratar.

Rendimiento de la polimerización (%).	89,3	90,7
Transparencia de la solución de polímero (%).	58	55
Viscosidad de la solución de polímero (seg).	85	89

(C). Compuestos básicos añadidos.

Oxido de cinc (partes en peso)	8	8	0	7	0	0	0
Hidróxido amónico (" ")	0	0	0	0	7	0	0
Carbonato amónico (" ")	0	0	0	0	0	9	0
Hidróxido sódico (" ")	0	0	0	0	0	0	0
Carbonato sódico (" ")	0	0	0	0	0	0	0

(D). Contenido en compuestos básicos (% en peso).

	0,70	0,70	0	0,61	0,62	0,59	0
--	------	------	---	------	------	------	---

(E). Peróxido de hidrógeno añadido (% en peso).

	0,3	0	0	0,5	0,3	0,3	0
--	-----	---	---	-----	-----	-----	---

Temperatura de tratamiento (°C).

	95°C.	-	-	95	100	95	-
--	-------	---	---	----	-----	----	---

Tiempo de tratamiento (min)

	30	-	-	30	30	30	-
--	----	---	---	----	----	----	---

(F). Polvo de cinc añadido (% en peso).

	0	0,2	0	0	0,2	0	0
--	---	-----	---	---	-----	---	---

Tratamiento (Temperatura °C).

	-	100	-	-	100	-	-
--	---	-----	---	---	-----	---	---

Tiempo de tratamiento (min).

	-	30	-	-	30	-	-
--	---	----	---	---	----	---	---



(G). Carbón activo. (% en peso)	0	0	0	0	0	0,1	0
Temperatura de tratamiento (°C).	-	-	-	-	-	100	-
Tiempo de tratamiento (min)	-	-	-	-	-	30	-

(H). Solución tratada.

Índice de bromo.	0,32	0,33	7,58	0,31	0,33	0,27	7,43
Transparencia (%).	98	99	87	99	99	98	89
Contenido en carbono (% en peso).	0,018	0,018	0,031	0,018	0,015	0,019	0,029
Índice de absorbancia.	0,50	0,50	1,03	0,48	0,51	0,38	1,17

(I). Polimerización con solución tratada.

Rendimiento de la polimerización (%).	94,6	94,7	87,3	94,8	94,7	95,0	87,2
Transparencia (%).	68	70	43	66	68	67	42
Viscosidad (seg.).	130	131	100	131	133	129	100

3 091 43



(A)

54	50
4	4
0	4
42	42

(B)

87,6	88,4
57	53
83	87

(C)

8	0	0	0	8	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	7	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	9	0	0	0
0	7	0	0	0	0	0	7	0	0
0	0	11	0	0	0	0	0	11	0

(D)

0,68	0,54	0,63	0	0,71	0,60	0,59	0,54	0,63	0
------	------	------	---	------	------	------	------	------	---

(E)

0,3	0,5	0,3	0	0,3	0,5	0,5	0,5	0,6	0
100	95	97	-	100	100	97	100	95	-
30	30	30	-	30	30	30	30	30	-

(F)

0	0,2	0	0	0	0,2	0	0,2	0	0
-	100	-	-	-	100	-	100	-	-
-	30	-	-	-	30	-	30	-	-

3 091 43



(G)

0	0	0,1	0	0	0,2	0	0	0,1	0
-	-	100	-	-	100	-	-	100	-
-	-	30	-	-	30	-	-	30	-

(H)

0,29	0,33	0,31	7,29	0,29	0,30	0,31	0,29	0,27	7,64
99	97	99	88	98	97	99	99	98	86
0,016	0,017	0,015	0,033	0,015	0,014	0,016	0,017	0,016	0,031
0,34	0,37	0,40	1,26	0,39	0,42	0,47	0,32	0,39	1,10

(I)

95,0	94,8	94,7	86,0	94,7	94,3	94,6	95,0	95,8	87,3
65	65	68	42	68	66	69	67	64	44
132	133	137	99	132	134	135	130	129	102

3 0 9 1 4 3



Esta Solicitud que corresponde a la presentada -
en Japón el 18 de Febrero de 1.964, bajo el número 8531/64
y 7 de Enero de 1.965, se acoge a los beneficios del Artí -
culo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta Solicitud de Patente de
10 Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un método para regenerar soluciones acuosas -
concentradas de sistemas de cloruro de cinc una vez utili -
zadas para la polimerización del acrilonitrilo, que compren-
de controlar el contenido de compuesto básico en dicha solu-
15 ción hasta por encima del 0,1% en peso y tratar con peróxido
de hidrógeno a una temperatura de al menos 90°C.

2.- El método según la reivindicación 1, en el que -
el control del contenido del compuesto básico se realiza -
añadiendo al menos 0,1% en peso de uno o más compuestos bá -
20 sicos seleccionados de la clase consistente en óxido de cinc,
hidróxido amónico, carbonato amónico, hidróxido sódico, car -
bonato sódico, óxido de calcio, hidróxido de calcio, óxido -
de magnesio e hidróxido de magnesio.

3.- El método según la reivindicación 1, en el que -
25 el contenido del compuesto básico es de 0,4-1,0% en peso.

4.- El método según la reivindicación 1, en el que -
la solución tratada con peróxido de hidrógeno es mantenida -
a una temperatura de 95°-100°C.

5.- El método según la reivindicación 1, en el que -
30 el peróxido de hidrógeno añadido es de 0,3-1% en peso.

3 091 43



6.- El método para separar e inactivar los compuestos orgánicos activos en la solución acuosa concentrada de sistema de cloruro de cinc, que comprende añadir óxido de cinc en la cantidad de al menos un 0,4% en peso, añadir peróxido de hidrógeno en la cantidad de al menos un 0,1% en peso y calentar a una temperatura de al menos 90°C.

7.- El método según la reivindicación 6, en el que la solución acuosa de sistema de cloruro de cinc a tratar es separada del baño coagulante, concentrada evaporando agua y otros productos volátiles hasta cualquier concentración salina adecuada como disolvente para preparar la solución de hilado de polímero o copolímero de acrilonitrilo.

8.- Un método para regenerar soluciones acuosas concentradas de sistemas de cloruros de cinc.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

P.A.

24 ABR 1965

Alberto de Eizabara
(Signature)

MCC

MMT.-