

310215



PATENTE DE INVENCION

Your Case N<sup>o</sup> 20.783.

*Memoria Descriptiva*  
*sobre*

"Procedimiento para la preparación de  
fibras de polimero de acrilonitrilo"

=.=.=.=.=

*Solicitante:* AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana,  
residente en: Berdan Avenue Township of Wayne, Es-  
tado de New Jersey, EE. UU. de A.

=.=.=.=.=

Esta invención se relaciona con un proce-  
dimiento de preparación de fibras de polímero de  
acrilonitrilo que poseen las combinadas caracterís-  
ticas de una elevada contracción y rizado estabili-  
zado, y más particularmente de preparación de tales

5.



310215

fibras mediante adecuada modificación de un conocido procedimiento de hilado en húmedo.

- Anteriormente, se conocía la preparación de fibras acrílicas mediante un procedimiento de hilado en húmedo que comprende las operaciones de hilar en húmedo el polímero de acrilonitrilo para formar una estopa de fibras de gel húmedo, estirar las fibras de gel húmedo de la estopa, deshidratar y hundir (o "desestructurar") las fibras de gel húmedo de la estopa, tratar las fibras así deshidratadas y hundidas en condición relajada y de libre contracción con vapor de agua entre 110 y 140°C aproximadamente, y secar las fibras así relajadas. Cuando se desea preparar fibras de elevada contracción mediante tal procedimiento, se conocía ya el estirar de nuevo las fibras relajadas y secadas a elevadas temperaturas para producir fibras capaces de contraerse tras una subsiguiente exposición a elevadas temperaturas, como en agua hirviente o en un baño de teñido. A fin de que tales fibras sean elaborables en equipo de manipulación textil convencional, es sabido que se rizan mediante empleo de cualquiera de varios tipos de rizadores mecánicos.
5. en húmedo que comprende las operaciones de hilar en húmedo el polímero de acrilonitrilo para formar una estopa de fibras de gel húmedo, estirar las fibras de gel húmedo de la estopa, deshidratar y hundir (o "desestructurar") las fibras de gel húmedo de la estopa,
10. tratar las fibras así deshidratadas y hundidas en condición relajada y de libre contracción con vapor de agua entre 110 y 140°C aproximadamente, y secar las fibras así relajadas. Cuando se desea preparar fibras de elevada contracción mediante tal procedimiento, se
15. conocía ya el estirar de nuevo las fibras relajadas y secadas a elevadas temperaturas para producir fibras capaces de contraerse tras una subsiguiente exposición a elevadas temperaturas, como en agua hirviente o en un baño de teñido. A fin de que tales fibras sean elaborables en equipo de manipulación textil convencional,
20. es sabido que se rizan mediante empleo de cualquiera de varios tipos de rizadores mecánicos.

- Tales fibras de elevada contracción, cuando se mezclan con fibras de baja contracción, se usan para producir hilos y tejidos que resultan abultados tras una subsiguiente exposición a elevadas temperaturas, debido a la contracción de las fibras de elevada contracción, que hace que las fibras de baja contracción formen volutas, curvas y ondas. Sin embargo, se ha observado que el rizado de tales fibras tiende
25. para producir hilos y tejidos que resultan abultados tras una subsiguiente exposición a elevadas temperaturas, debido a la contracción de las fibras de elevada contracción, que hace que las fibras de baja contracción formen volutas, curvas y ondas. Sin embargo,
30. se ha observado que el rizado de tales fibras tiende



30215 - 3 -

a desaparecer durante el tratamiento térmico y por consiguiente el abultamiento de tales hilos y tejidos es menor de lo que cabría esperar si las fibras estuviesen dotadas de un rizado estable ante tal tratamiento térmico. Asimismo, en tales hilos, las fibras de elevada contracción tienden a concentrarse en el núcleo del hilo, mientras que las fibras de baja contracción se extienden sueltamente alrededor del núcleo, haciendo al hilo susceptible de adelgazarse, tendencia que resta a los hilos abultados capacidad de venta y valor.

Es un objeto de la presente invención preparar fibras de elevada contracción de polímero de acrilonitrilo exentas de los citados defectos y que pueden emplearse para producir hilos abultados que resisten el adelgazamiento en un grado muy superior al de los productos anteriores. Otro objeto es el de producir tales fibras mediante adecuadas modificaciones del procedimiento de hilado en húmedo para preparar fibras acrílicas, cuyas modificaciones no compliarán indebidamente ni incrementarán los costos de preparación de fibras acrílicas.

Hemos observado que los anteriores objetos, y otros que aparecerán más adelante, pueden conseguirse mediante una adecuada modificación del procedimiento de preparación de fibras de polímero de acrilonitrilo, que comprende las operaciones de hilar en húmedo el citado polímero para formar una estopa de fibras de gel húmedo, estirar las citadas fibras de la estopa, deshidratar y hundir las referidas fibras, tratar las



- fibras así deshidratadas y hundidas en condición relajada y de libre contracción con vapor de agua entre 110 y 140°C aproximadamente, y secar las fibras así relajadas. Esta modificación comprende (1) después
5. del estirado de las fibras de gel húmedo y antes de la deshidratación y hundimiento de tales fibras, el precalentamiento de las mismas con un baño acuoso entre 60 y 85°C, el rizado mecánico de la estopa de fibras de gel húmedo precalentadas y después de la
10. deshidratación y hundimiento, relajación y secado de dichas fibras, el nuevo estirado de las fibras secadas y relajadas de 1,15 a 1,35 veces a 100-260°C en una atmósfera seca; o (2) después de la deshidratación y hundimiento de las fibras de gel húmedo y antes de la
15. relajación de las mismas con vapor de agua, el precalentamiento de las fibras deshidratadas y hundidas con un medio acuoso entre 80 y 95°C, el rizado mecánico de las fibras así precalentadas y, después de la relajación y secado de dichas fibras, el nuevo esti-
20. rado de las fibras secadas y relajadas de 1,15 a 1,35 veces a 100-260°C en una atmósfera seca. En una u otra modificación, el rizado mecánico puede efectuarse mediante convencionales rizadores de "caja de prensa-estopa" o rizadores de "engranajes interacoplados",
25. por ejemplo.

La citada modificación del procedimiento de hilado en húmedo para preparar fibras de polímeros de acrilonitrilo produce fibras que al tratarse en un ambiente acuoso caliente son capaces de una sustancial

30. contracción con recuperación de rizado. Debe destacarse



- 5 - 30215

que la operación de nuevo estirado sirve para eliminar el rizado comunicado en este procedimiento, pero la memoria de ese rizo perdura y sirve para reproducir el rizo tras una ulterior exposición a un ambiente húmedo caliente.

5.

Frecuentemente, a fin de proporcionar unas mejores características de manipulación a estas fibras reestiradas en equipo de elaboración textil, son dotadas de un rizado mecánicamente producido subsiguientemente a la operación de reestirado. Sin embargo, esta ulterior operación de rizado no ha de confundirse con la operación de rizado de la presente invención, puesto que los rizos comunicados mediante el rizado de las fibras reestiradas son fácilmente perdidos durante el tratamiento en un ambiente húmedo caliente.

10.

15.

Para una comprensión más clara y más detallada de esta invención, puede hacerse referencia a la siguiente descripción de las dos versiones preferidas antes mencionadas.

20.

En la primera versión, en la que las fibras de gel húmedo eran precalentadas y rizadas mientras se encontraban en estado de gel húmedo, es preferible que el precalentamiento se efectúe en un medio acuoso entre 60 y 85°C a fin de comunicar suficientes rizos a las fibras. Cuando se precalientan a una temperatura superior a unos 85°C, las fibras se reblandecen y tienden a aglutinarse entre sí debido a la presión aplicada durante el rizado, tendiendo también a cambiar de sección transversal. Además, el precalentamiento de fibras de gel húmedo por encima de esta temperatura no es pre-

25.

30.



ferible, porque produce contracción en las fibras en estado de gel húmedo y les priva de transparencia. Los rizos no se adquieren completamente a una temperatura inferior a unos 60°C y si se trata de realizar rizos forzados elevando las presiones del rizador, se pueden perjudicar grandemente las fibras.

Estas fibras de gel húmedo rizadas son luego deshidratadas y hundidas. En la patente estadounidense número 2.984.912 y en la patente japonesa número 245.665, se describen adecuadas condiciones de deshidratación y hundimiento para fibras de polímeros de acrilonitrilo. Para la presente invención, se considera preferible emplear la porción de la gama de condiciones de temperatura y humedad que se describe en dicha referencia que se encuentra entre 110 y 130°C aproximadamente de temperatura de lámparas secas y entre 70 y 80°C aproximadamente de temperatura de lámparas húmedas, a fin de proporcionar una máxima estabilización de los rizos en las fibras. Si este hundimiento no se efectúa durante la operación de deshidratación, las fibras de elevada contracción poseen un deficiente lustre y presentan indeseables propiedades debido a la formación de numerosos huecos o vacíos en la estructura fibrosa.

A fin de estabilizar más los rizos de estas fibras contra pérdida en agua caliente, es necesario que estas fibras deshidratadas y hundidas sean tratadas en condición relajada y de libre contracción con vapor de agua entre 110 y 140°C aproximadamente. Las fibras así relajadas son estiradas en caliente bajo

30215 - 7 -



condiciones secas después de secarse.

La tabla 1 muestra el grado de contracción y las características de los rizados que aparecían cuando fibras producidas de un copolímero formado por un 90% en peso de acrilonitrilo y un 10% en peso de acrilato metílico se elaboraban bajo varias condiciones, incluyendo un estirado en caliente bajo condición seca a una temperatura de 150°C y cuando se calentaban subsiguientemente durante 10 minutos en agua caliente a una temperatura de 100°C.

3 0215

T A B L A 1

Fibras de elevada contracción calentadas en agua a 100°C

Grado de contracción en las operaciones de no estructuración y tratamiento térmico

Fibras crudas \*

Relación de estirado en caliente bajo con-  
dicción seca

Grado de contracción

Tratamiento	Grado de contracción en las operaciones de no estructuración y tratamiento térmico	Fibras crudas *		Relación de estirado en caliente bajo con- dicción seca	Fibras de elevada contracción calentadas en agua a 100°C	
		Número de rizos	Grado de rizos		Número de rizos	Grado de rizos
A. (Hilo rizado y no estructurado después de estirado)	12	12.2	14.8	x 1.05	4.9	6.1
B. (Hilo rizado y no estructurado después de estirado y tratado térmicamente 10 minutos en vapor de agua saturado a 105°C)	19	12.0	12.8	x 1.15	12.0	10.0
C. (id. id. a 110°C)	23	14.0	13.6	x 1.15	13.2	14.0
D. (id. id. a 120°C)	28	14.5	13.6	x 1.20	14.0	15.1
E. (Hilo no estructurado después de estirado y tratado térmicamente 10 minutos en vapor de agua saturado, y rizado)	28	16.5	14.5	x 1.20	7.2	4.0

\* Fibra antes de ser estirada en caliente bajo con-  
dicción seca.

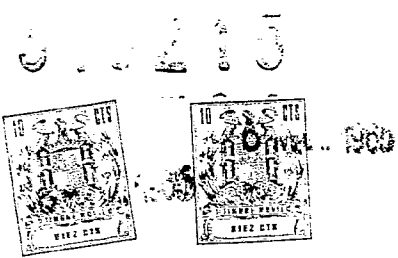
3 0215

- 8 -

T A B

Tratamiento	Grado de contracción en las operaciones de no estructuración y tratamiento térmico	Número de rizos
A. (Hilo rizado y no estructurado después de estirado)	12	12.2
B. (Hilo rizado y no estructurado después de estirado y tratado térmicamente 10 minutos en vapor de agua saturado a 105°C)	19	12.0
C. (id. id. a 110°C)	23	14.0
D. (id. id. a 120°C)	28	14.5
E. (Hilo no estructurado después de estirado y tratado térmicamente 10 minutos en vapor de agua saturado, y rizado)	28	16.5

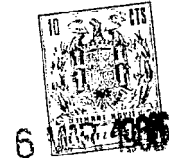
\* Fibra antes de ser estirada en caliente bajo condición seca.



T A B L A 1

Fibras de elevada contracción  
calentadas en agua a 100°C

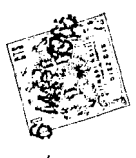
Fibras crudas **					
Número de rizos	Grado de rizos	Relación de estirado en caliente bajo condición seca	Número de rizos	Grado de rizos	Grado de contracción
12.2	14.8	x 1.05	4.9	6.1	6%
12.0	12.8	x 1.15	12.0	10.0	13
14.0	13.6	x 1.15	13.2	14.0	13
14.5	13.6	x 1.20	14.0	15.1	17
16.5	14.5	x 1.20	7.2	4.0	16



- Como las fibras de elevada contracción A fueron tratadas mediante no estructuración solamente, perdieron la mayor parte de sus rizos al ser estiradas en caliente bajo condición seca y tratadas en
5. agua caliente a una temperatura de 100°C. Las fibras de elevada contracción E hiladas mediante la técnica convencional han mostrado una gran disminución en sus rizos al tratarse en agua caliente. Tal disminución brusca en el grado de rizado hace muy marcado el adelgazamiento del hilo abultado. En contraste con el resultado precedente, las fibras de elevada contracción
10. C y D proporcionadas por el procedimiento de esta invención muestran el mismo valor que presentaban cuando estaban en crudo en cuanto a grado de rizado después de ser tratadas en agua caliente, siendo extraordinariamente finas en cuanto a capacidad reproductiva de rizos. B es ligeramente inferior a C y D en cuanto a capacidad reproductiva de rizos. A fin de mejorar esta capacidad reproductiva la temperatura a la que
15. se lleva a cabo el tratamiento térmico deberá ser superior a 110°C y el grado total de contracción en la operación del procedimiento de no estructuración y tratamiento térmico deberá ser superior al 20%.
- A fin de determinar el grado de reestirado necesario durante el tratamiento final de estirado en
25. caliente del procedimiento de esta invención, se reestiró en grados variables una estopa de fibras acrílicas que habían sido elaboradas de acuerdo con esta versión de la invención, como se muestra en la tabla
30. 2, después de relajarse en vapor de agua a 125°C y pasarse entre 2 placas calientes a 150°C.

T A B L A 2

Relación de estirado en caliente bajo condición seca	Fibras crudas (antes del estirado en caliente bajo condición seca)	Fibras de elevada contracción después de calentarse en agua a 100°C.	Número de rizos	Grado de rizado (%)	Número de rizos	Grado de rizado (%)	Grado de contracción (%)
---	15.5	14.0	---	---	---	---	---
1.15 x			15.1	13.5			13
1.24 x			14.1	12.8			19
1.31 x			13.2	12.8			25
1.35 x			13.6	12.5			28
1.39 x			9.1	8.4			29
1.48 x			6.8	6.2			29

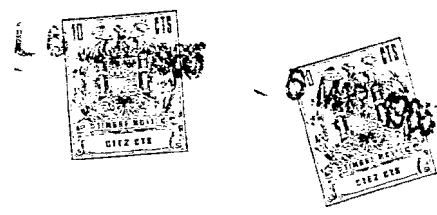


15

T A B L A 2

Relación de estirado en caliente bajo con- dición seca	Fibras crudas (antes del estira- do en caliente bajo condición seca)		Fibras pués de
	Número de rizos	Grado de ri- zado (%)	Número rizos
-----	15.5	14.0	—
1.15 x			15.1
1.24 x			14.1
1.31 x			13.2
1.35 x			13.6
1.39 x			9.1
1.48 x			6.8

Fibras de elevada contracción des-  
pués de calentarse en agua a 100°C.



3 0 2 1 5

Número de rizados	Grado de rizado (%)	Grado de contracción (%)
15.1	13.5	13
14.1	12.8	19
13.2	12.8	25
13.6	12.5	28
9.1	8.4	29
6.8	6.2	29



- Como es evidente por los resultados de la tabla 2, el grado de contracción de fibra de elevada contracción producida mediante tratamiento en agua caliente es demasiado pequeño cuando la relación de estirado es inferior a 1,15 y por consiguiente un hilo abultado empleando esta fibra no muestra suficiente abultamiento después de haberse efectuado éste.
5. Por otra parte, cuando la relación de estirado excede de 1,35, la cantidad de la fibra, después de haberse tratado en agua caliente, de recuperación de sus rizos descende como anteriormente se muestra, con el resultado de que un hilo abultado producido con esta fibra tiende a adelgazarse. Como la temperatura de estirado varía según el espaciamento de las placas calientes, la anchura, grosor y velocidad de estirado de una estopa a tratar, es preferible que dicha temperatura se fije dentro de la gama de 100 a 260°C.
10. Generalmente, una estopa es rizada mecánicamente después de haber sido reestirada mediante estirado en caliente bajo condición seca, pero este rizado mecánico se lleva a cabo con el fin de mejorar el entrelazado de las fibras en la estopa o mecha producida por estirado en subsiguientes operaciones de elaboración textil y no guarda relación con los rizos que se reproducen por calentamiento en agua caliente de los hilos anteriormente estirados mediante calor bajo condición seca, de acuerdo con el procedimiento proporcionado por esta invención. Esto puede demostrarse abiertamente no solo por el hecho de que incluso si una estopa que se formó mediante un método
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



convencional se estira en caliente bajo condición seca, se riza mecánicamente y luego se calienta en agua caliente; los rizos no son reproducidos; pero también por el hecho de que, como se muestra anteriormente, las fibras producidas por el procedimiento de esta invención en el que se efectúa el estirado en caliente bajo condición seca, pero no se aplica rizado mecánico a las fibras así reestiradas, adquieren rizos en agua caliente.

5. En la segunda versión, en la que las fibras deshidratadas y hundidas se precalentaban y rizaban antes de su relajación en vapor de agua, es preferible que el precalentamiento se efectúe en un medio acuoso entre 80 y 95°C.

10. La tabla 3 muestra el grado de contracción y las características de rizado de las fibras acrílicas fabricadas bajo diversas condiciones a partir de un copolímero del 90% en peso de acrilonitrilo y el 10% en peso de acrilato metílico, cuando se estiran en seco y en caliente a 150°C y se tratan luego en agua caliente a 100°C durante 10 minutos.

T A B L A 3

Fibras de elevada contracción tratadas en agua a 100°C.

Número de rizos Grado de rizado Grado de contracción

Relación de reestirado, condiciones en seco y caliente

Fibra cruda # Número de rizos Grado de rizado

Porcentaje total de contracción - durante desestructuración y tratamiento térmico

Tratamiento

F. Hilo desestructurado, rizado y tratado con vapor de agua saturado a 105°C durante 10 minutos.

19

15.3

13.8

x 1.15

14.7

10.0

1.3%

G. Hilo desestructurado, rizado y tratado con vapor de agua saturado a 110°C durante 10 minutos.

23

16.5

14.5

x 1.15

15.3

13.8

1.3

H. Hilo desestructurado, rizado y tratado con vapor de agua saturado a 120°C durante 10 minutos.

28

16.8

15.3

x 1.20

15.2

14.0

1.7

J. Hilo desestructurado y tratado con vapor de agua saturado a 120°C durante 10 minutos.

28

16.5

14.5

x 1.20

7.2

4.0

1.6

\*Fibra antes de su tratamiento por estirado en seco y con calor.

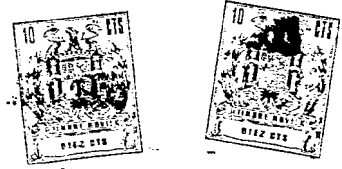
3.025

- 13 -

T A B L A 3

Tratamiento	Porcentaje total de contracción - durante desestruc- turación y trata- miento térmico	Fibra cruda <sup>#</sup>		Relación condicio caliente
		Número de rizos	Grado de rizado	
F. Hilo deses- tructurado, ri- zado y tratado con vapor de agua saturado a 105°C duran- te 10 minutos.	19	15.3	13.8	:
G. Hilo deses- tructurado, ri- zado y tratado con vapor de agua saturado a 110°C duran- te 10 minutos.	23	16.5	14.5	:
H. Hilo deses- tructurado, ri- zado y tratado con vapor de agua saturado a 120°C durante 10 minu- tos.	28	16.8	15.3	:
J. Hilo deses- tructurado y tratado con va- por de agua sa- turado a 120°C durante 10 mi- nutos.	28	16.5	14.5	:

<sup>#</sup>Fibra antes de su tratamiento por estirado en seco y con calor.



Fibras de elevada contracción  
tratadas en agua a 100°C.

Relación de reestirado,  
condiciones en seco y  
caliente

Número de rizos	Grado de rizado	Grado de contracción
-----------------------	-----------------------	----------------------------

x 1.15	14.7	10.0	13%
x 1.15	15.3	13.8	13
x 1.20	15.2	14.0	17
x 1.20	7.2	4.0	16

3.0215 - 14 -

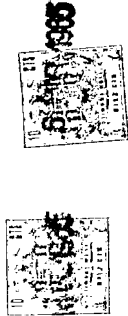


- La fibra de elevada contracción J, que fué fabricada por el método convencional, perdió una parte sustancial de su rizo al tratarse en agua caliente. Resultó particularmente evidente que tal reducción drástica en el grado de rizado hace más pronunciada la reducción de volumen del hilo abultado. En contraste, las fibras de elevada contracción G y H, que fueron preparadas de acuerdo con esta invención, resultaron excelentes en cuanto al nuevo desarrollo del rizado, siendo sus características de rizado, después del tratamiento con agua caliente, casi las mismas que las de la fibra cruda. La fibra F es algo inferior a las fibras G y H en cuanto a las tendencias a desarrollar nuevamente los rizos y, a fin de mejorar esta característica, es preferible que la temperatura del tratamiento térmico sea por lo menos de 110°C y el grado combinado de contracción de la fibra después de la desestructuración y del tratamiento térmico sea superior al 20%.
5. La gama de niveles de reestirado de la fibra a realizar bajo condiciones secas y calientes a fin de fabricar la deseada fibra de elevada contracción, debe limitarse entre 1,15x y 1,35x por la siguiente razón. Las estopas de fibras acrílicas de un copolímero del 90% de acrilonitrilo y el 10% de acrilato metílico, que han sido estiradas bajo condiciones calientes y húmedas, desestructuradas, rizadas y tratadas con vapor de agua saturado a 125°C, son estiradas en varios grados bajo condiciones secas y calientes, tratándose las resultantes fibras de elevada
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



contracción en agua caliente a 100°C. Las características de rizado de estas fibras se resumen en la tabla 4, que muestra que cuando la relación de estirado es inferior a 1,15, el grado de contracción en agua caliente es demasiado bajo y el hilo abultado que contiene tal fibra no desarrollará un suficiente abultamiento durante el tratamiento de abultamiento anteriormente descrito. Resultará también evidente por la citada tabla que si la relación de estirado excede de 1,35, la tendencia de la fibra a desarrollar de nuevo su rizado tras su tratamiento térmico es adversamente afectada, de manera que el hilo abultado que contiene la fibra es susceptible de perder su abultamiento y de adelgazarse.

3



200915

T A B L A 4

Fibras de elevada contracción después de calentarse en agua a 100°C.

Relación de estirado (en seco y en caliente)	Fibras crudas		Fibras de elevada contracción después de calentarse en agua a 100°C.	
	Número de rizos	Grado de rizado(%)	Número de rizos	Grado de rizado(%)
--	16.0	15.4	--	--
1.15 x			15.0	12.3
1.24 x			14.2	12.8
1.31 x			13.8	12.2
1.35 x			13.9	11.3
1.39 x			8.5	7.2
1.48 x			5.6	4.0

310215

T A B L A 4

Relación de estirado (en seco y en caliente)	Fibras crudas		Fibras de c N r
	Número de rizos	Grado de rizado(%)	
--	16.0	15.4	.
1.15 x			1
1.24 x			1
1.31 x			1
1.35 x			1
1.39 x			
1.48 x			



1985

340215

Fibras de elevada contracción después de calentarse en agua a 100°C.

Número de rizos	Grado de rizado(%)	Grado de contracción(%)
15.0	12.3	13
14.2	12.8	19
13.8	12.2	25
13.9	11.3	28
8.5	7.2	29
5.6	4.0	29

370215

- 17 -



Aunque la temperatura de estirado debe variar de acuerdo con la separación entre las placas calientes, la anchura y grosor de la estopa a estirar y otros factores, se encuentra preferiblemente entre

5. 100 y 260°C.

Ordinariamente, la estopa es mecánicamente rizada después del tratamiento térmico en seco, pero esto se realiza para mejorar la propiedad de entrelazamiento de la estopa o mecha en la subsiguiente

10. operación de cardado o estirado, y como tal no tiene nada que ver con nuestro rizado, que se reproduce tras el tratamiento con agua caliente de la fibra que ha sido estirada bajo condiciones secas y calientes. Esto es evidente por el hecho de que no se producirá

15. ningún rizado en la estopa preparada de manera convencional, aun cuando se estire bajo condiciones secas y calientes, se rice mecánicamente y finalmente se trate con agua caliente, y que como se describe anteriormente, la fibra de esta invención que ha sido

20. estirada bajo condiciones secas y calientes, pero no rizada mecánicamente, vuelve a desarrollar su rizado en agua caliente.

La fibra acrílica a emplear al objeto de esta invención puede ser un polímero o copolímero que

25. contenga por lo menos un 80% de acrilonitrilo, El monómero, que puede ser un componente de la fibra acrílica antes mencionada, aparte del acrilonitrilo, puede ser un miembro de la clase consistente en varios monómeros etilénicamente insaturados, tales como ace-

30. tato de vinilo, propionato de vinilo, acrilato metílico

3 4 0 2 1 5



acrilato etílico, piridinas vinílicas, ácido acril-sulfónico, ácido metacrilsulfónico, ácido acrílico, ácido metacrílico y similares.

5. La cantidad relativa de la fibra de elevada contracción de esta invención a incorporar en un hilo abultado debe variar de acuerdo con el tipo y denier de la fibra de baja contracción a mezclar con aquélla y el deseado tacto o mano del hilo abultado final, pero puede oscilar entre el 20 y el 70% y preferiblemente entre el 30 y 60%.

10. Si el porcentaje es inferior al 20%, el hilo abultado quedará deformado defectuosamente, mientras que no se obtendrá ningún abultamiento si el porcentaje es superior a 70. La fibra de baja contracción a mezclar con la fibra de elevada contracción de esta invención puede seleccionarse de la clase consistente en varias fibras naturales, tales como lana y algodón, así como fibras acrílicas y otras sintéticas de baja contracción (siendo el grado de contracción inferior al 5% aproximadamente en agua a 100°C).

15. Para una mejor comprensión de esta invención y de las dos versiones descritas anteriormente, puede hacerse referencia a los siguientes ejemplos, en los que todas las partes son en peso salvo indicación en contrario.

25. EJEMPLO 1

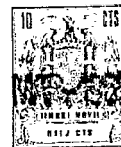
30. Se disuelven 10 partes de un copolímero formado por un 90% de acrilonitrilo y un 10% de acrilato metílico, en 90 partes de una solución acuosa al 48% de tiocianato sódico. La solución hilable así



- obtenida se hila en una solución acuosa al 10% de tiocianato sódico a una temperatura de 0°C, se lava en agua en estado de gel húmedo mientras se estira dos veces su longitud original y se estira de nuevo
5. 5 veces su longitud original en agua caliente a una temperatura de 98 a 100°C. El denier de los monofilamentos estirados es de 2,1 y el denier total de la estopa es de 55.000, con un contenido de agua del 86% (contra hilos secos). Esta estopa es pasada continuamente a través de agua que tiene una temperatura de 80°C y se introduce en un rizador de "caja de prensaestopa" para su rizado y luego se deshidrata y hunde en una atmósfera que tiene una temperatura de lámparas secas de 120°C y una humedad relativa del
  10. 20%, durante 10 minutos. La estopa así tratada tiene un contenido de agua del 2,3%. Esta estopa se somete a vaporización durante 10 minutos en vapor de agua saturado a una temperatura de 120°C, se trata con aceite y seguidamente se seca para dar una fibra K
  15. de denier 3. La fibra K es estirada 1,31 veces su longitud entre placas calientes a una temperatura de 150°C, se enfría, se riza luego y se corta en 89 mm para dar un hilo L de elevada contracción. A fin de obtener una fibra de elevada contracción mediante la
  20. técnica convencional para un ensayo de contraste, se realizó el tratamiento bajo las mismas condiciones que con L, con la excepción de que no se efectuó ningún rizado después del estirado en caliente bajo
  25. condición húmeda, sino que después de completarse la vaporización se efectuó el rizado. Así, se obtuvo una
  - 30.



- fibra M de elevada contracción convencional. Los anteriores productos L ó M se mezclan con lana merino a razón de 50 x 50, para dar un hilo 2/34. El hilo obtenido se trata en un estado de relajación con agua
5. hirviente durante 10 minutos, se enfría gradualmente a una temperatura de 60°C y se seca. El hilo abultado producido a partir de L era un hilo de elevado abultamiento, mientras que el hilo abultado obtenido a partir de M mostró adelgazamiento y era extraordinariamente malo en cuanto a tacto y aspecto. A fin de
10. comparar el grado de abultamiento entre las dos muestras, se colocaron madejas de hilos abultados en un canal de 20 cms de anchura en paralelo con aquélla y se midió el grosor de las madejas mientras se aplicaba una carga de 50 gramos por cm<sup>2</sup> a la parte superior de las madejas. El grosor comparativo de las
15. dos, valorado en términos del mismo cómputo, muestra una relación de 87 en el caso de M por 100 en el caso de L.
20. EJEMPLO 2
- Se corta en segmentos de 89 mm una fibra K de baja contracción, que no fué tratada por estirado en caliente bajo condición seca como se describe en el ejemplo 1, y se mezcla con L y M en una relación de 50 a 50 para producir un hilo abultado. Este
25. hilo se tinte con colorante catiónico en la máquina de tejido de madejas. La temperatura con que se empieza el teñido es de 60°C y se eleva gradualmente a 100°C, cuya temperatura se mantiene durante 40 minutos, enfriándose luego gradualmente a 60°C. Por
- 30.



- 21 - 310215

- consiguiente se sometió el hilo a tratamiento de abultamiento simultáneamente con el teñido. Después del lavado y tratamiento con aceite de acabado, se secó el hilo. El hilo abultado producido al mezclar K con
5. L era muy sólido y de estética disposición, mientras que el obtenido al mezclar K con M era ligeramente inferior en cuanto a solidez y mostró un adelgazamiento parcial. El mismo ensayo sobre abultamiento que se efectuó en el ejemplo 1, mostró que el grosor
10. comparativo de las madejas ofrecía una relación de 92 en el caso de M por 100 en el caso de L.

### EJEMPLO 3

- Se disolvieron 10 partes de un copolímero consistente en un 90% de acrilonitrilo y un 10% de acrilato metílico, en 90 partes de una solución acuosa al 48% de tiocianato sódico para preparar una solución hilable, que se extrusionó en una solución acuosa al 10% de tiocianato sódico a 0°C. La estopa
15. fué lavada con agua mientras se estiraba a un 200% de su longitud inicial. Luego se estiró adicionalmente la estopa en agua caliente a 98-100°C a un 500%
20. de su longitud. Las fibras tenían un denier de 2,1 después de los dos ciclos de estirado y el denier de la estopa era de 55.000, siendo su contenido de humedad del 86% (basado en fibra seca). Esta estopa fué
25. "desestructurada" en corrientes de aire caliente a una temperatura de lámparas en seco de 110°C y una humedad relativa del 20%, durante 10 minutos. La estopa desestructurada fué pasada a través de agua caliente a 90°C e introducida luego en un rizador del
- 30.



- tipo de caja de prensaestopa, donde se rizó. La estopa fué adicionalmente vaporizada con vapor de agua saturado a 120°C durante 10 minutos en un tanque de vaporización, seguido de aceitado y secado. El anterior procedimiento dió una fibra N de denier 3. Esta fibra fué estirada 1,3lx mediante placas calientes a 150°C. Después de enfriarse, la fibra fué rizada y cortada en segmentos de 89 mm para preparar una fibra P de elevada contracción. Como control, se preparó una fibra de elevada contracción del tipo convencional Q bajo las mismas condiciones empleadas en la preparación de la fibra P, con la excepción de que esta fibra no fué rizada inmediatamente después de dicha desestructuración, sino que se rizó solo después de la operación de vaporización.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Se preparó un hilo mediante hilado a partir de una mezcla de la anterior fibra de elevada contracción P ó Q con lana merino sobre una base de 50-50 y el hilo así preparado se trató con agua hirviendo durante 10 minutos en forma de madeja. Se dejó enfriar el hilo a 60°C y se secó. El hilo abultado que contenía la fibra P presentaba una torsión limpia y un buen abultamiento, en tanto que el hilo abultado que contenía la fibra Q tenía un tacto deficiente y resultó ser susceptible de perder su abultamiento. Para medir el abultamiento relativo de los dos hilos, se colocó la madeja en un canal de 20 mm de anchura en relación paralela y se aplicó por encima una carga de 50 gramos por cm<sup>2</sup>. De esta manera, se midió el grosor de la madeja bajo la citada carga.

3-0215-23 -



El grosor relativo de la madeja, convertida en la misma base de denier, era de 89 para el hilo abultado que contenía la fibra Q, frente a 100 para el hilo abultado que contenía la fibra P.

5.

EJEMPLO 4

Se cortó en segmentos de 89 mm una fibra de baja contracción que se preparó de igual manera que en el ejemplo 3, con la excepción de que no fué estirada bajo condiciones secas y calientes. Esta fibra se hiló a partir de una mezcla con fibra P ó Q sobre una base de 50-50 para preparar un hilo abultado, que se tiñó con un colorante catiónico en una máquina de teñido de madejas. Empezando a 60°C, se incrementó gradualmente la temperatura a 100°C, a cuya temperatura se mantuvo durante 40 minutos, después de lo cual se descendió gradualmente a 60°C. De esta manera, el hilo fué simultáneamente teñido y abultado. El hilo fué finalmente lavado con agua, terminado con aceite y secado. El hilo abultado que contenía la fibra P presentaba un buen abultamiento y una torsión atractiva, en tanto que el hilo que contenía la fibra Q era algo inferior en cuanto a abultamiento, mostrando un adelgazamiento local. El grosor relativo de la madeja, medido de igual manera que en el ejemplo 3, era de 93 para el hilo abultado que contenía la fibra Q, frente a 100 para el hilo abultado que contenía la fibra P.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la prác-



- tica, 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
5. se refiere a las solicitudes de patentes presentadas en Japón con fechas 7 de marzo de 1964 y 9 de marzo de 1964, números: Sho 39-12693 y 39-13169, respectivamente, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor,
10. 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 LA PREPARACION DE FIBRAS DE POLIMERO DE ACRILONITRILLO"; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1ª.- Procedimiento para la preparación de fibras de polímero de acrilonitrilo, que comprende las operaciones de hilar en húmedo el citado polímero para formar una estopa de fibras de gel húmedo, estirar las fibras de gel húmedo de dicha estopa, deshidratar y recalcar las fibras de gel húmedo de la
20. citada estopa, tratar las fibras así deshidratadas y recalçadas en condición relajada y libres para contraerse con vapor de agua entre 110 y 140°C aproximadamente, y secar las fibras así relajadas, caracterizado porque después del estirado de las fibras
25. de gel húmedo y antes de deshidratar y recalcar tales fibras, éstas se precalientan en un baño acuoso entre 60 y 85°C, la estopa de fibras de gel húmedo precalentadas se rizan mecánicamente y después de deshidratar y recalcar, relajar y secar dichas fibras, las
- 30.



fibras relajadas y secadas se estiran de nuevo a 1,15 a 1,35 veces entre 100 y 260°C en una atmósfera seca.

- 5. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque después de la deshidratación y recalado de las fibras de gel húmedo y antes de relajar las fibras con vapor de agua, las fibras deshidratadas y recaladas se calientan previamente con un medio acuoso entre 80 y 95°C y las fibras así precalentadas se rizan mecánicamente y, una vez relajadas
- 10. y secadas estas fibras, se estiran de nuevo a 1,15 a 1,35 veces entre 100 y 260°C en una atmósfera seca.

- 15. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque estas fibras se deshidratan y recalcan mediante exposición en un ambiente a una temperatura de lámparas en seco comprendida entre 110 y 130°C aproximadamente, y una temperatura de lámparas en húmedo comprendida entre 70 y 80°C aproximadamente.

- 20. 4ª.- "Procedimiento para la preparación de fibras de polímero de acrilonitrilo"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara. 6 MAR. 1956

Madrid,

AMERICAN CYANAMID COMPANY.-

GOMEZ ACEBO Y MODER

