



20 MAY. 1966

PATENTE DE INVENCION

Your Case No. 19.228
=====

326957

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de preparación de una dispersión uniforme de partículas coloidales".

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

Esta invención se relaciona con un método para incorporar aditivos en una solución polímera coagulable antes de su coagulación como dispersión uniforme de partículas coloidales. Más particularmente, esta invención se relaciona con tal método

5.

326957



todo en el que los aditivos son insolubles en la solución polímera pero son deseable y uniformemente dispersados como partículas coloidales en los productos preparados mediante coagulación de tal solución

5. polímera. Más particularmente aún, esta invención se relaciona con un método de producción de filamentos, películas, etc., artificiales, dotados de partículas coloidales de aditivos uniformemente dispersas en los mismos.

10. En la preparación de filamentos y películas, etc., artificiales mediante la coagulación de soluciones polímeras viscosas, durante mucho tiempo ha sido práctica común mezclar con tales soluciones viscosas o dopes hilables aditivos para modificar

15. varias características del producto final. En muchos casos, tales aditivos eran insolubles en el dope hilable. Como ilustración de tales aditivos figuran el dióxido de titanio y otros deslustrantes, pigmentos, abrillantadores ópticos, absorbedores de luz ultravioleta, resinas, etc.

20. Una de las técnicas habituales para añadir tales aditivos sólidos a una solución polímera elevadamente viscosa consiste en subdividir tal material sólido en un molino para coloides o dispositivo similar y mezclarlo con la solución viscosa con agitadores, amasadores, moletas y similares. Desgraciadamente, con soluciones elevadamente viscosas, tales como comúnmente se utilizan en el hilado de fibras sintéticas y en la producción de películas, existe una extremada dificultad en la obtención de una -

25.

30.

326957

- 3 20 1968



mezcla uniforme de esas partículas coloidales en la solución viscosa, habiendo una fuerte tendencia por parte de tales partículas coloidales a aglomerarse - con un prolongado tiempo de mezclado.

5. Otra técnica consiste en mezclar una carga concentrada de tal material coloidal en una cantidad relativamente pequeña de una solución viscosa del mismo tipo empleado en la formación de las fibras o películas. Esta suspensión concentrada de tales partículas coloidales se mezcla luego con un volumen mucho mayor de la solución viscosa normal o de pe hilable antes de su coagulación. Aunque esta técnica representa cierta mejora sobre la primera, tiene todavía algunas de las mismas desventajas anteriormente mencionadas.
- 10.
15. Un objeto de esta invención es proporcionar un método de preparación de una dispersión uniforme de partículas coloidales de un material sólido suspendido en una solución polímera viscosa. Otro objeto de esta invención es proporcionar tal método, que son fácil de realizar y que no afecte adversamente a las propiedades de la solución viscosa a coagular o a los materiales producidos a partir de la misma.
- 20.
25. Otro objeto de la invención es proporcionar un método de producción de una dispersión uniforme de partículas coloidales en un producto coagulado o coágulo formado a partir de una solución polímera coagulable viscosa, cuyo producto tenga uniformemente dispersas en el mismo las partículas coloida
- 30.

326957

20 MAR 1960



les y esté sustancialmente libre de aglomerac

Otros objetos y ventajas aparecerán más adelante a medida que avance la descripción de esta invención.

5. Resumiendo, el procedimiento de esta invención comprende la disolución del aditivo sólido en un disolvente que sea mezclable con la solución viscosa a coagular, la adición de la solución así producida de aditivo en un disolvente y su mez-
10. clado con la solución polímera viscosa a coagular, - causando la precipitación del aditivo en la solución viscosa como fina y uniforme dispersión de partículas coloidales. Tras la coagulación de la solución viscosa con el aditivo uniforme y finamente disperso
15. en la misma de la manera antes indicada, el coágulo resulta poseer en el mismo partículas coloidales uniformemente dispersas del aditivo, sustancialmente libres de aglomerados.
20. Pueden producirse artículos configurados, tales como filamentos, fibras, cintas, películas, etc., a partir de muchos materiales polímeros mediante procedimientos que implican la coagulación de una solución viscosa coagulable de tal polímero - en un adecuado disolvente con el uso de un adecuado
25. medio coagulante. Entre estos procedimientos pueden mencionarse el "hilado en húmedo", en el que la solución polímera es extrusionada en un medio coagulante líquido en el que sea soluble el disolvente para el polímero, pero en el que el polímero sea insoluble,
30. y el "hilado en seco", en el que la solución políme-

326957

- 5 -

20



ra en un disolvente volátil es extrusionada a un medio coagulante gaseoso en el que puede evaporarse el disolvente.

- Se conocen muchos materiales polí
5. meros que son transformables en artículos configurados mediante tales procedimientos. Entre tales materiales pueden mencionarse las poliamidas, por ejemplo el nylon; poliésteres, por ejemplo poli(tereftalato etileno-glicólico); polímeros vinilos, por ejemplo cloruro de polivinilo, alcohol polivinilo; y polímeros acrílicos, por ejemplo poliacrilonitrilo, así como copolímeros de acrilonitrilo y uno o más monómeros vinilos. Adecuados disolventes para estos materiales son bien conocidos para su empleo en los procedimientos
10. de "hilado en húmedo" y/o "hilado en seco". Esta invención, aunque útil para la incorporación de aditivos insolubles en artículos configurados de tales materiales, se creó particularmente en relación con el
15. hilado en húmedo de artículos configurados en forma
20. de filamentos de polímeros de acrilonitrilo, utilizando una solución acuosa concentrada de una sal inorgánica como disolvente para el polímero. Para simplificar la ulterior explicación, esta invención se describirá en términos del hilado en húmedo de filamentos de polímeros de acrilonitrilo, entendiéndose
25. que la invención no se limita a tal sistema específico.

- Se conocen muchas soluciones hila
- bles que contienen productos de polimerización de
30. acrilonitrilo disueltos en adecuados disolventes, ú-



tiles para esta invención. Típicos de tales polímeros y disolventes son los descritos en la patente estadounidense nº 2.948.581, de Cummings, de fecha 9 de agosto de 1.960, y en las otras diversas patentes estadounidenses mencionadas en aquélla.

5. Compuestos representativos que pueden polimerizarse con acrilonitrilo para formar productos de polimerización de este último, útiles para la práctica de esta invención, son compuestos que
10. contienen un solo grupo $\text{CH}_2=\text{C} \langle$, por ejemplo los ésteres vinilos y especialmente los de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, por ejemplo acetato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo, etc.; haluros de vinilo y vinilideno, por ejemplo los
15. cloruros, bromuros y fluoruros de vinilo y vinilideno; alcoholes de tipo alilo, por ejemplo alcohol alilo, alcohol metalilo, alcohol etalilo, etc.; ésteres alilos, metalilos y otros ésteres alcohólicos monohídricos insaturados de ácidos monobásicos, por ejemplo
20. acetatos, lauratos, cianuros, etc., de alilo y metalilo; ácidos acrílicos y alcacrílicos (por ejemplo metacrílico, etacrílico, etc.) y ésteres y amidas de tales ácidos (por ejemplo acrilatos y metacrilatos metílicos, etílicos, propílicos, butílicos, etc., acrilamida, metacrilamida, acrilamidas y metacrilamidas
25. N-metiletílicas, N-propílicas, N-butílicas, etc.); metacrilonitrilo, etacrilonitrilo y otros acrilonitrilos sustituidos con hidrocarburos; hidrocarburos alifáticos insaturados que contengan un solo grupo
30. $\text{CH}_2=\text{C} \langle$, por ejemplo isobutileno, etc.; y otros nume

326957

- 7 -



- rosos compuestos vinilos, acrílicos y otros que contengan un solo grupo $\text{CH}_2=\text{C} <$ que sean copolimerizables con acrilonitrilo para producir copolímeros termoplásticos. También pueden copolimerizarse con -
5. acrilonitrilo ésteres alquílicos de ácidos policarboxílicos alfa, beta-insaturados, para formar copolímeros, por ejemplo los ésteres dimetílico, dietílico, dipropílico, dibutílico, etc.; de ácidos maleico, fumarico, citracónico, etc.
10. Ordinariamente, el peso molecular (peso molecular medio) del acrilonitrilo homopolímero o copolímero, a partir del cual se producen los artículos de poliacrilonitrilo configurados, es del orden de 25.000 ó 30.000 a 200.000 ó 300.000, ó mayor y ven
15. tajosamente del orden de 50.000 a 100.000, por ejemplo de 70.000 a 80.000 aproximadamente, calculado mediante una medición de viscosidad del citado producto de polimerización en formamida dimetilica empleando la ecuación de Staudinger (referencia: Houtz, patente -
20. estadounidense nº 2.404.713, de fecha 23 de julio de 1.946).
- Aunque es preferible que la molécula polímera contenga por lo menos un 80% aproximadamente de acrilonitrilo combinado, se entiende que
25. polímeros que contengan menos de esta cantidad de acrilonitrilo pueden ser también útiles para la práctica de la invención.
- Disolventes representativos en los
- que pueden disolverse tales polímeros de acrilonitrilo son disolventes orgánicos tales como formamida di
- 30.



metilica, acetamida dimetilica, carbonato etilénico y sulfóxido dimetílico y disolventes inorgánicos tales como soluciones acuosas concentradas de sales inorgánicas, por ejemplo tiocianato sódico y cloruro de cinc.

5.

Específicamente, el procedimiento de esta invención se ha practicado utilizando un polímero que comprende por lo menos un 80% aproximadamente de acrilonitrilo combinado, copolimerizado con uno o más de los siguientes compuestos: acrilato me-

10.

tílico, acetato de vinilo, metacrilato de metilo y piridina metil-vinílica. El polímero se disolvió en una solución acuosa concentrada de tiocianato sódico y se hiló en un baño coagulante que comprendía una

15.

solución acuosa diluída y fría de tiocianato sódico para formar filamentos sin fin. Estos filamentos fueron luego tratados para producir materiales útiles mediante técnicas conocidas.

20.

En la práctica de esta invención para incorporar aditivos en la solución polímera viscosa antes de su coagulación, es necesario seleccionar un disolvente en el que pueda disolverse el aditivo y cuyo disolvente sea mezclable con la solución polímera viscosa. Es importante que este disolvente

25.

para el aditivo sea inerte, lo que significa que no reaccione con los aditivos, con el disolvente para el polímero o con el polímero, o tienda a coagular la solución polímera coagulable viscosa.

30.

Por ejemplo, cuando se utiliza como solución polímera coagulable viscosa una solución

326957



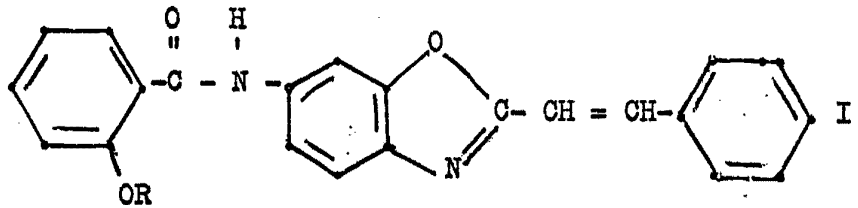
- de un producto de polimerización de acrilonitrilo di
suelto en una solución acuosa concentrada de una sal
metálica soluble en agua que produzca iones elevada-
mente hidrtados en solución acuosa (tales como tiocia
5. nato sódico, tiocianato de litio, cloruro de cinc y
cloruro de calcio), unos disolventes adecuados se en
cuentran entre los disolventes orgánicos mezclables
con agua que tienen hasta 4 átomos de carbono aproxi
10. madamente en sus moléculas, tales como alcohol metí-
lico, alcohol etílico, alcohol isopropílico, acetona,
cetona etilmetílica, cetona dietílica, ácido fórmico,
ácido acético, ácido propiónico, carbonato etilénico,
dioxano, dimetilformamida, dimetilacetamida, dietila
15. mida y trimetilamina y mezclas de ellos. La selec-
ción del particular disolvente a emplear dependerá -
del aditivo que se desee incorporar en el coágulo, -
puesto que el disolvente ha de ser uno en el que sea
soluble el aditivo.

- Existen muchos fines para los cua
20. les puede incorporarse un aditivo en un coágulo en -
estado finamente disperso. Estos aditivos pueden ser
deslustrantes, antioxidantes, pigmentos, abrillantado
res ópticos, absorbedores de luz ultravioleta, modi-
ficadores acentuadores del tinte, etc. Muchos de es
25. tos materiales se añaden corrientemente a materiales
polímeros con dificultad, debido a la incapacidad de
producir dispersiones uniformes de partículas coloida
les en las soluciones polímeras coagulables viscosas.
Muchos otros no se utilizan corrientemente debido a
30. la imposibilidad habitual de obtener una satisfacto-



ria dispersión uniforme. Entre estos aditivos presentes y potenciales que pueden ser utilizados por la práctica de la presente invención, pueden mencionarse los siguientes:

5. (1) El Calcofluor^R White LVZ, abrillantador óptico - obtenible de la American Cyanamid Co., que tiene la siguiente estructura:



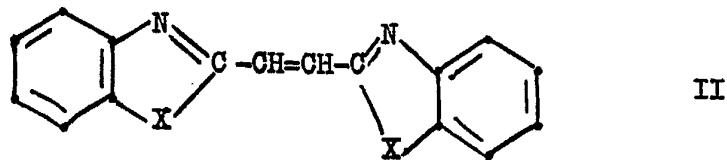
en la que R es $-CH_3$

10. 2) El abrillantador F-380, abrillantador óptico que tiene la estructura de la forma I, en la que R es $-CH_2-\underset{|}{\text{CH}}-\text{CH}_2\text{OH}$.

3) El abrillantador F-390, un abrillantador óptico que tiene la estructura de la fórmula I en la que R es $-CH_2\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{H}$.

15. 4) El Uwitez K^R, abrillantador óptico obtenible de la Ciba Chemical & Dye Co., cuya estructura es de la clase general descrita en la patente estadounidense nº 2.483.392, de fecha 4 de octubre de 1.949, y que se supone es la siguiente:

20.



326957

20 MAY



en la que ambas X son idénticas y son seleccionadas del grupo consistente en O y S.

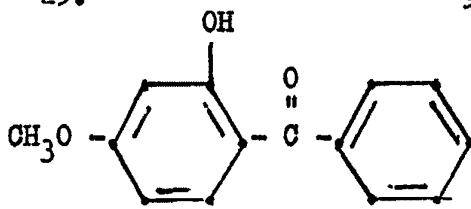
5. 5) El Tinopal^R SFG, abrillantador óptico obtenible de Geigy Industrial Chemicals, que se supone es del tipo del benzoxazol, que es soluble (más de un gramo por 100 ml) en acetona, dimetilformamida, N-N-dimetil-propionamida y n-butilamina y ligeramente soluble (aproximadamente 1 g por litro) en ácido acético y ácido fórmico.

10. 6) El Tinopal^R ACA, abrillantador óptico obtenible de Geigy Industrial Chemicals como solución de un 10% de Tinopal^R ACA, 45% de dimetilformamida y 45% de Triton^R X-100.

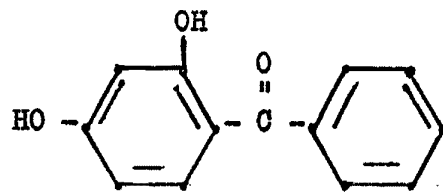
15. 7) El Daitophor^R, número 1013, abrillantador óptico obtenible de Daito Co., Incorporated, Japón, que es soluble en ácido acético glacial en la medida de 1 g por 8,5 ml.

26. 8) Sales del ácido fosfotungstomolíbido, ácido fosfotungstico, o ácido fosfomolibdico, con tintes tales como rodamina, B, violeta metálica, violeta etílica, azul puro Victoria BO, verde malaquita, homofuchina, parafuchina, nueva fuchina, azul de metileno, tioflavina y auramina. Estos pigmentos son solubles en dimetilformamida.

25. 9) Benzofenonas, tales como:



III

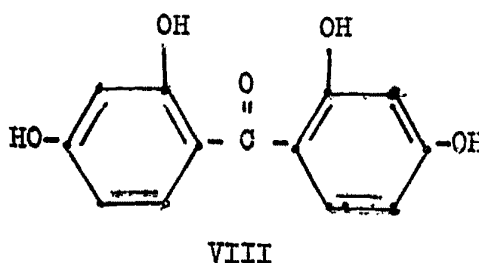
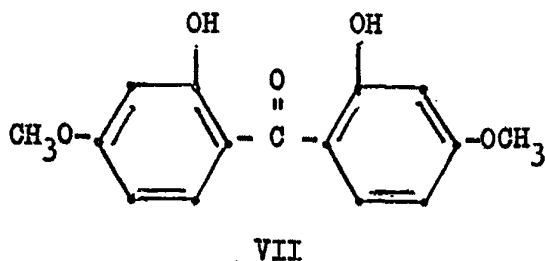
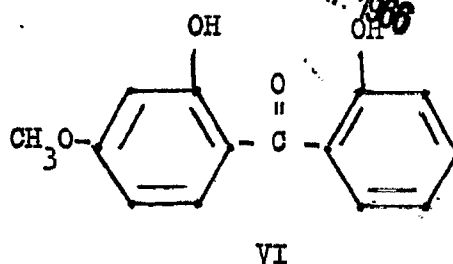
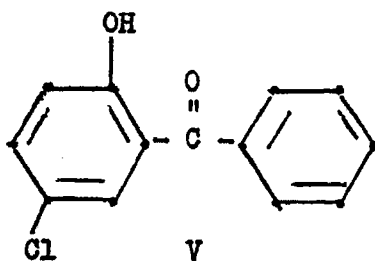


IV

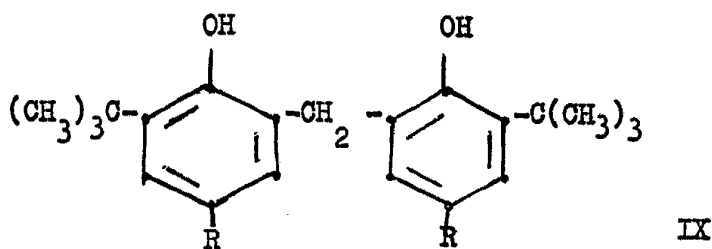
326957

- 12 -

20 MAY 1966



10) El Antioxidant 2246^R, antioxidante obtenible de la American Cyanamid Co., que tiene la estructura:



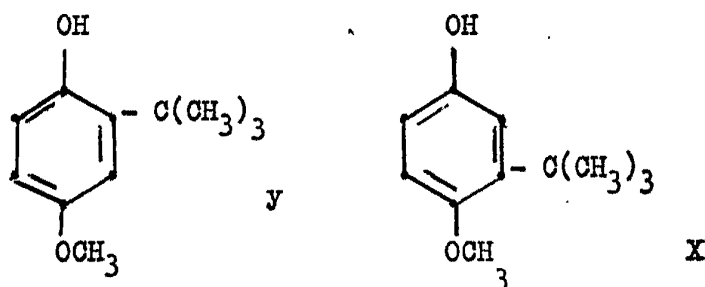
en la que ambas R son idénticas y representan $-\text{CH}_3$. Este compuesto es muy soluble (más de 50 g por 100 ml) en acetona, dioxano, etanol, acetato etílico y dimetilformamida y es soluble (más de 10 g por 100 ml) en ácido acético glacial, al tiempo que es insoluble (menos de 1 parte por millón) en agua, todo ello a 30°C.

10. 11) El Antioxidant 425^R, antioxidante obtenible de la American Cyanamid Co., que tiene la estructura de la fórmula IX, en la que ambas R son idénticas y representan $-\text{C}_2\text{H}_5$. Este compuesto -



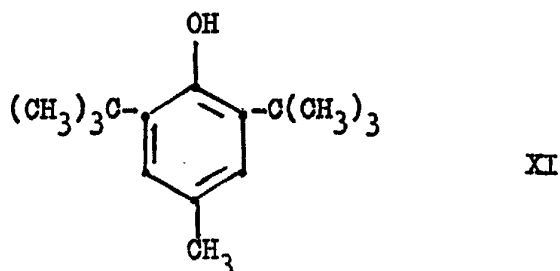
es soluble en muchos disolventes orgánicos, tales como ácidos, cetonas, alcoholes alquílicos inferiores, dimetilformamida, carbonato etilénico, etc.

5. 12) El Tenox^R BHA, antioxidante - obtenible de la Eastman Kodak Co., que es una mezcla de los dos isómeros que tienen las siguientes estructuras:



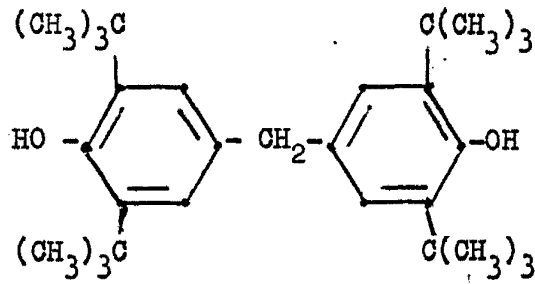
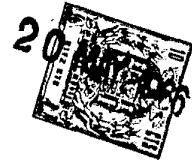
10. Esta Mezcla es muy soluble, (más del 20% de solución) en acetona, alcoholes alquílicos inferiores y glicol propilénico, pero insoluble en agua.

13) El Tenox^R BHT, antioxidante - obtenible de la Eastman Kodak Co., que tiene la siguiente estructura:



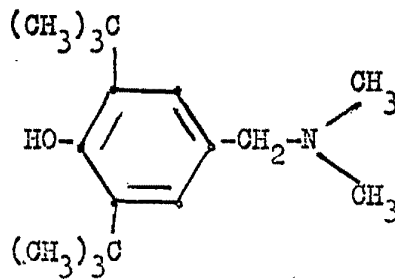
15. Este compuesto tiene solubilidades comparables a la fórmula X.

14) El "Ethyl" Antioxidant 702, antioxidante obtenible de la Ethyl Corporation, que tiene la estructura.



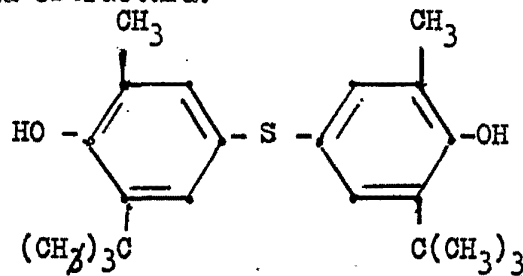
XII

15) El "Ethyl" Antioxidant 703, an
tioxidante obtenible de la Ethyl Corporation que tie
ne la estructura:



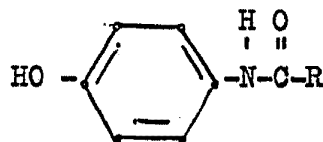
XIII

5. 16) El "Ethyl" Antioxidant 736, an
tioxidante obtenible de la Ethyl Corporation que tie
ne la estructura:



XIV

17) Suconox^R, antioxidantes obteni
bles de la Miles Chemical Co., que tiene la estructu
ra:



XV

326957

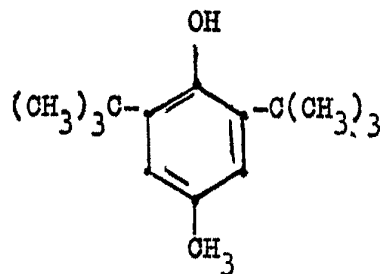
- 15 -

20



en la que R representa varios grupos alifáticos de -
cadena recta. Estos compuestos son solubles en alco-
holes, cetonas y dimetilformamida.

- 18) "BDPC", antioxidante obteni-
5. ble de la Koppers Co., Inc., que tiene la estructura:



XVI

Este compuesto es soluble en al-
coholes alifáticos inferiores y cetonas.

- 19) El dalpac 4, antioxidante obte-
nible en la Hercules Powder Co., que es di-terciario-
10. butil-para-cresol y es soluble en alcoholes y cetonas,
pero insoluble en agua.

- A fin de producir la fina disper-
sión uniforme de partículas coloidales del aditivo -
en el coágulo, la solución del aditivo en su disol-
vente debe mezclarse con la solución polímera coagu-
15. lable viscosa inmediatamente antes de la extrusión y
coagulación de la solución polímera viscosa, a fin -
de reducir al mínimo el tiempo disponible por las par-
tículas coloidales para aglomerarse. Esto puede efec-
20. tuarse con gran eficiencia inyectando las cantidades
relativamente pequeñas de la solución del aditivo di-
rectamente en el conducto a través del cual fluye la
solución polímera coagulable viscosa hacia los orifi-
cios de extrusión.

326957

20 MAY. 1966

A fin de asegurar más aún la mezcla rápida y uniforme de las soluciones para proporcionar una dispersión uniforme de partículas coloidales, es frecuentemente deseable añadir un agente humectante

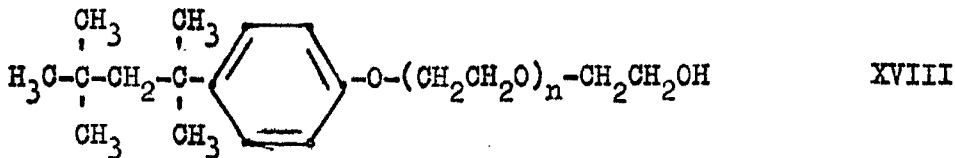
- 5. a la solución del aditivo. Entre tales agentes humectantes pueden mencionarse los agentes no iónicos, que son los preferidos, así como los tipos aniónicos y cationicos. Entre los agentes humectantes que pueden utilizarse para tales fines, cuando se deseen, pueden mencionarse los siguientes:

- 10. 1) El Larosol^R 2-14, agente de acción superficial obtenible de la Jordan Chemical Co., que es un material soluble en agua disuelto en un medio hidrocarburo inerte y que se forma a partir de la reacción de alcohol tridecílico con óxido etilénico:



XVII

- 15. 2) El Triton^R X-100, agente de acción superficial obtenible de la Rohm & Haas Co., que tiene la siguiente estructura:



XVIII

- 3) El Tergitol^R NPX, agente de acción superficial obtenible de la Unión Carbide Chemi

326957 - 17 -



cals Co., que es un éter glicólico polietilénico fení
lico nonílico que contiene 10,5 moles de óxido etilé
nico.

5. 4) El Naccanol NR, NRCL, agente de
acción superficial líquido obtenible de la Allied Che
mical & Dye Co., que es un sulfonato alquil-arilo só
dico.

10. 5) El Deceresol^R NI, agente de ac
ción superficial obtenible de la American Cyanamid Co.,
que es un alcohol poliéter alquil-arilo.

6) El Deceresol^R, OT, agente de ac
ción superficial obtenible de la American Cyanamid Co.,
que es sulfosuccinato dioctil-sódico.

15. 7) El Deceresol^R SE, agente de ac
ción superficial obtenible de la American Cyanamid Co.,
que es cloruro estearamidopropil-beta-hidroxietil-di
metil-amónico.

20. Frecuentemente se considera como
deseable pasar la solución polímera coagulable visco
sa que contiene las partículas coloidales de aditivo
así preparada a través de un filtro antes de su extru
sión cuando se hila material filamentosos a través de
orificios extremadamente finos, a fin de evitar la -
25. posibilidad de que cualquiera de tales orificios se
atasque, así como para incrementar la homogeneidad de
la dispersión de partículas coloidales en la solución
polímera.

30. Aunque la anterior descripción -
de esta invención ha sido principalmente dirigida ha
cia la incorporación de aditivos en una solución po-

20 MAY.



- límera coagulable viscosa de un producto de polimeri-
zación de acrilonitrilo disuelto en una solución acuosa
concentrada de una sal metálica soluble en agua,
se comprenderá fácilmente que esta invención no se -
5. limita a ello, puesto que está dirigida hacia un fenó-
meno físico de aplicabilidad mucho más amplio. Así,
como el polímero y el disolvente para el polímero y
el aditivo, y el disolvente para el aditivo, no toman
parte en ninguna transformación química en absoluto,
10. es fácilmente evidente que las naturalezas químicas
de estos materiales carecen de importancia siempre -
que sean químicamente inertes entre sí.

- A fin de ilustrar adicionalmente
esta invención, se hará referencia a los siguientes
15. ejemplos, que sirven para ilustrarla aplicada a pro-
ductos de polimerización de acrilonitrilo disueltos
en soluciones acuosas concentradas de tiocianato só-
dico como disolventes.

EJEMPLO 1

20. Se preparó una solución abrillan-
tadora disolviendo 1,0 g de Calcofluor^R White LVZ, -
abrillantador óptico (con la estructura de la fórmu-
la I anterior) y 0,5 g de Larosol^R, 2-14 agente super
25. ficial no iónico (con la estructura de la fórmula XVII
anterior) en 20 ml de ácido acético glacial. El abri-
llantador se disolvió por completo y no se mostró nin-
guna partícula en la solución del mismo con una amplia-
ción de 550 veces. Se preparó un dope hilable disol-
viendo 100 g de un copolímero de acrilonitrilo-meta-
30. crilato metílico en 900 g de solución acuosa de tio-

20 MAY. 1962



- cianato sódico al 48%. Luego se añadió medio ml de la solución abrillantadora a 500 g del dope hilable y esta mezcla fué agitada durante 15 minutos. Un exámen microscópico indicó que la mayoría de las partículas del abrillantador eran muy pequeñas (menos de media micra de diámetro). Se encontraban presentes algunas gotas de ácido acético (superiores a 5 micras de diámetro) que contenían abrillantador sin precipitar. La extrusión de este dope hilable dotado de la uniforme dispersión de partículas abrillantadoras - coloidales tal como se prepararon anteriormente, en una solución diluída, enfriada y acuosa de tiocianato sódico, de acuerdo con las enseñanzas de Cresswell, patente estadounidense nº 2.558.730, concedida el 3 de julio de 1.951, produjo un material fibroso que contenía al abrillantador uniformemente disperso en forma de finas partículas inferiores a media micra de diámetro.
- 5.
- 10.
- 15.

EJEMPLO 2

20. Se añadió 0,5 ml de la solución - abrillantadora del ejemplo 1 a 450 g de una solución acuosa al 48% de tiocianato sódico. El abrillantador precipitó inmediatamente al mezclarse las dos soluciones, formando aglomerados que produjeron grandes copos en la solución y sobre el lado de la bombona en la que se efectuó tal mezclado. La adición de 50 g del copolímero de acrilonitrilo-metacrilato de metilo a la solución de tiocianato sódico conteniendo abrillantador precipitado y floculado, no ayudó a la redispersión del abrillantador. El abrillantador precipitado
- 25.
- 30.



326957

bloqueó los orificios de la hilera, de manera que el dope hilable así producido no pudo hilarse en fibras.

- Se ve pues que es esencial que la solución del aditivo en el disolvente se añada a la solución polímera coagulable viscosa (como en el ejemplo 1) y que no es satisfactorio invertir el orden de las operaciones mezclando la solución del aditivo con el disolvente para el polímero antes de añadir este último para producir la solución polímera coagulable viscosa (como en el ejemplo 2).
- 5.
- 10.

EJEMPLO 3

- Se preparó una solución antioxidante disolviendo 1,0 g de Antioxidant 425^R, antioxidante consistente en 2,2'-metilenobis-(6-terciario-butil-4-etil)-fenol y 0,5 g de Larosol^R 2-14 en 20 ml de ácido acético glacial. El antioxidante se disolvió por completo y no apareció ninguna partícula en la solución del antioxidante con una ampliación de 550 veces. Se preparó un dope hilable disolviendo 100 g de polímero de acrilonitrilo-metacrilato de metilo en 900 g de solución acuosa de tiocianato sódico al 48%. Se añadieron 3,0 ml de la solución antioxidante al dope hilable y se agitó la mezcla durante 15 minutos. Un examen microscópico bajo brillante iluminación del campo no detectó ninguna partícula. El dope hilable conteniendo antioxidante fué hilado en un baño coagulante de tiocianato sódico acuoso enfriado, para producir una satisfactoria fibra con antioxidante presente en la misma, según determinación por ensayos de estabilidad.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

326957 - 21 20 MAR 1968



EJEMPLO 4

- Se añadieron 3,0 ml de la solución antioxidante preparada como en el ejemplo 3 a -
900 g de solución acuosa de tiocianato sódico al 48%.
5. El antioxidante precipitó inmediatamente de la solución, produciendo grandes copos de 50 micras o mayores y que tenían tendencia a flotar en la superficie y a adherirse a los lados de la bombona. La adición de
10. 100 g de copolímero de acrilonitrilo-metacrilato de metilo a la solución de tiocianato sódico conteniendo copos de antioxidante, para formar un dope hilable, no facilitó la redispersión del antioxidante. El antioxidante precipitado bloqueó los orificios de la hilera, de manera que el dope hilable no pudo emplearse para producir fibras.

15. Por consiguiente, resulta claro - de nuevo que la secuencia de operaciones es crítica como se indica anteriormente en relación con las adiciones de abrillantador según el ejemplo 2.

20. Se han realizado ensayos similares con los mismos resultados, utilizando Uwitex K^R, abrillantador óptico (veáse fórmula II anterior) disuelto en solución de ácido acético, junto con Larosol^R 2-14, agente de acción superficial. Se obtuvieron -
25. asimismo resultados similares con el uso de Brightener F-380 (veáse fórmula I anterior, en la que R es $-\text{CH}_2-\underset{|}{\text{CH}}-\text{CH}_2\text{OH}$) disuelto en dimetilformamida, junto -
30. con Triton^R X-100, agente de acción superficial (veáse fórmula XVIII anterior). La mayoría de los otros



- aditivos anteriormente enumerados han sido también ensayados satisfactoriamente en cuanto a su incorporación en dopes hilables de polímeros de acrilonitrilo disueltos en soluciones concentradas y acuosas de tiocianato sódico.
- 5.

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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre:
- 10.

15. "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA DISPERSION UNIFORME DE PARTICULAS COLOIDALES"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión uniforme de partículas coloidales de un material en una solución polímera coagulable viscosa, caracterizado porque comprende la disolución de dicho material en un disolvente del mismo que sea miscible con dicha solución polímera coagulable viscosa; y la mezcla de la solución así formada con dicha solución polímera coagulable viscosa, causando la precipitación del citado material sólido con dispersión uniforme de partículas coloidales.
- 20.
- 25.

- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para la preparación de una dispersión uniforme de partículas coloi-
- 30.



- dales de un material en un coágulo, se disuelve dicho material en un disolvente para el mismo que sea miscible con la citada solución polímera coagulable viscosa, se mezcla la solución así formada con una solución polímera coagulable viscosa, y dicha solución -
5. polímera se coagula para producir un coágulo que con tenga una dispersión uniforme de partículas coloidales en el mismo.
- 3^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque para la preparación de una dispersión uniforme de partículas coloidales de un aditivo en una solución polímera coagulable viscosa, se disuelve dicho polímero en un disolvente adecuado para producir una solución polímera -
10. coagulable viscosa, dicho aditivo se disuelve en un disolvente del mismo que sea miscible con la citada solución polímera coagulable viscosa para producir -
15. una solución de aditivo, y se mezcla la citada solución de aditivo y la referida solución polímera, causando la precipitación del referido aditivo como dispersión uniforme de partículas coloidales.
20. 4^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque para la preparación de una dispersión uniforme de partículas coloidales de un aditivo en un coágulo, se disuelve dicho polímero en un disolvente adecuado para producir una solución polímera coagulable viscosa, dicho aditivo se disuelve en un disolvente del mismo que sea mezclable con la referida solución polímera coagulable
25. viscosa para producir una solución de aditivo, se mez
- 30.



ela la citada solución del aditivo y dicha solución polímera, y se coagula la referida solución polímera para producir un coágulo que contenga al referido aditivo como dispersión uniforme de partículas coloidales en el mismo.

5.

5ª.- Procedimiento, de preparación de una dispersión uniforme de partículas coloidales; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10.

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

Madrid,

20 MAY, 1966

AMERICAN CYANAMID COMPANY,

J. GONZALEZ
Firmado

JOSÉ
González Ruiz