

334709



20 DIC. 1966

Exp: 22.714.

memoria descriptiva

CLASE DE REGISTRO	una PATENTE DE INVENCION, por veinte años en España.
NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE	Ultralan Aktiengesellschaft (Sociedad de Liechtenstein)
RESIDENCIA Y DOMICILIO	Vaduz (Liechtenstein)
<input type="checkbox"/> OBJETO	"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE CABLES, FIBRAS O PELICULAS DE POLIACRILONITRILO"
PRIORIDAD:	----- Patente alemana L 53.215 IVc/29b del 29 de marzo 1966. -----

=====



1

Existen procedimientos para la producción de masa de hilatura de poliacrilonitrilo y su posterior manufactura a cables de hilatura, fibras, hilos sinfin y películas. En dichos procesos la polimerización de los monómeros se efectúa en el solvente de los polímeros. Para este fin, pueden ser considerados, tanto los solventes orgánicos como los inorgánicos. Bajo los solventes orgánicos se cuenta, entre otros, la Dimetilformamida (DMF) y Dimetilsulfoxido (DMSO). Como solventes orgánicos son utilizadas soluciones de sales concentradas, siendo el principal componente sal de zinc. En trabajos propios se ha podido determinar que sales complejas, p. ej. Cloruro de cinz de sodio (NaZnCl_3) poseen grandes ventajas en comparación con otras combinaciones.

15

En todos estos procedimientos surgen dificultades desde el punto de vista técnico por el uso obligado de agentes de reducción y oxidación, o por el agregado de pequeñas cantidades de sales metálicas para lograr la reacción de la polimerización y regulación de la misma.

20

Generalmente son usadas combinaciones de peróxidos como persulfatos o peróxidos orgánicos como benzoyol y otros, siendo utilizados como agentes de reducción sulfito o hidrazina. En algunos casos, son agregadas mínimas cantidades de sales de cobre para guiar la polimerización y conseguir grados parejos de la misma.

25

El empleo de soluciones de sales inorgánicas presenta grandes dificultades referente a la extracción de los

1

decomponentes de los persulfatos de las soluciones de sales reconcentradas a ser usadas nuevamente. Asimismo, el mantenimiento de la misma cantidad de iones de cobre en la solución de sal regenerada, no es nada fácil.

5

Debido a todo esto, hemos tratado de iniciar e influenciar, respectivamente guiar, la reacción por medio de irradiación con rayos UV, lo que ha dado resultados muy desiguales al emplear soluciones de sales con concentraciones usuales.

10

En algunos casos se han obtenido grados de polimerización muy desiguales. Al mismo tiempo, las masas de hilatura no se mantienen transparentes, se vuelven opacas y coagulan antes de tiempo, por lo que una hilatura es prácticamente imposible.

15

En otros casos, la polimerización no es total, por lo que no se puede considerar su aplicación técnica.

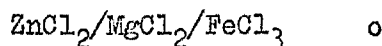
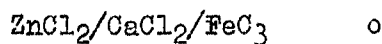
También se ha probado el agregar sales metálicas, como p. ej. $FeCl_3$ ó $AlCl_3$.

20

Tanto el hierro como el aluminio figuran en la tabla de las sustancias liotropas utilizadas por la firma Dow Chemical Co. y otras, según los respectivos patentes.

25

Las siguientes combinaciones pueden ser consideradas; p. ej.:



1

$ZnCl_2/CaCl_2/AlCl_3$ o
 $ZnCl_2/AlCl_3$ o
 $ZnCl_2/FeCl_3$ y muchas otras mas.

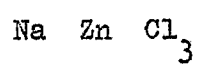
5

Ninguna lleva a buen resultado.

10

Contrariamente a lo esperado se ha encontrado que por medio de un catión no utilizado hasta ahora en la línea liotropa, se logra una polimerización muy uniforme con grandes constantes de polimerización y soluciones completamente transparentes.

De acuerdo con nuestras patentes anteriores, se usa como solvente:



15

sin o en combinación con un ácido mineral. A este sistema se agregan

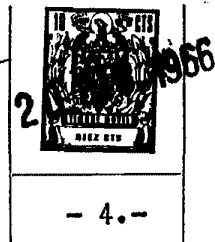
iones bóricos, -p. ej. $B Cl_3$.

20

La cantidad de los iones bóricos no es de importancia fundamental, pudiéndose llegar hasta el límite de saturación.

25

Ejemplo: una solución acuosa de 55% de peso $NaZnCl_3$, 2% de peso H Cl y 0,2% de peso de iones bóricos, son mezclados con un total de 10% de peso de monomeros compuestos de acrilonitrilo y probablemente otros comonomeros. Después de poco tiempo, la mezcla se homogeniza debido a la disolución de los monomeros.. A continuación es expuesta a una irradiación de rayos UV de más de 300 nm. Al cabo de



1

1 hora aproximadamente, los monomeros se han transformado en polimeros, resultando una solución transparente, viscosa, apropiada para la hilatura.

5

Esta es hilada en la forma conocida en los baños precipitantes, de sales de idéntica composición, pero concentración más baja.

10

A continuación los baños de lavado y precipitantes enriquecidos con sales, son reconcentrados por evaporación al grado requerido para la polimerización, y empleados de nuevo.

La proporción de sales y ácidos minerales puede ser variada dentro de los siguientes límites:

15

- 20 - 55% de peso sales
- 35 - 2 % de peso ácidos minerales
- mínimo 10,1 % de peso o eventualmente hasta el límite de saturación iones bóricos.

20

N O T A . -
=====

25

La presente patente de invención, comprende las siguientes reivindicaciones:

- 1.- Procedimiento para la fabricación de cables,

1

10

15

20

25

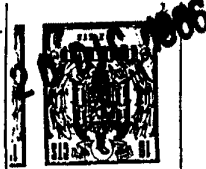
fibras o películas de poliacrilonitrilo, por hilatura de una masa de hilatura, la que ha sido obtenida por medio de polimerización de acrilonitrilo probablemente con otros monómeros usuales en una solución acuosa de sales inorgánicas, un ácido mineral y bor como otro catión; por efecto de rayos, en un baño precipitante de la misma composición referente a sales y ácidos como la masa de hilatura, pero de concentración más baja, caracterizado porque se disuelve acrilonitrilo - eventualmente junto con otros monómeros usuales - en una solución acuosa de 20 - 55% de peso de NaUnCl_3 y 37-2% de peso de ácidos minerales con adición de mín. de peso 0,1% de iones bóricos, se polimeriza por medio de irradiación de rayos de más de 300 nm y se efectúa la hilatura de la masa obtenida.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en lugar de NaZnCl_3 , se utilizan otras sales complejas, cuyos principales componentes son ZnCl_2 .

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, como solvente mediador, se utilizan las sales de la línea liotropa, según Hofmann.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque el área radial de la fuente de luz, es de 300 - 500 nm en un 80%.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque el área radial de la fuente de luz, es de 360 - 370 nm en un 70%.



1

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque durante la reacción, la temperatura no sobrepasa, los 40°.

5

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque la temperatura se mantiene constante entre 20 y 30° durante la reacción.

8.- Procedimiento para la fabricación de cables, fibras o películas de poliacrilonitrilo.

10

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de seis hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 20 DIC. 1956.

CARLOS BOER

15

20

25