

P - 34.387

Pos-9825-Asahi

30



336678

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 10 de febrero de 1967, con el núm. 336.678

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ASAHI KASEI KOGIO KABUSHIKI KAISHA, entidad japonesa establecida en 25-1, Dojimahamadori-1-chome, Kita-ku, Osaka, Japón, por:

"UN METODO PARA PRODUCIR FIBRAS ARTIFICIALES"

El presente invento se refiere a un método para producir fibras compuestas, en el cual dos clases de polímeros de acrilonitrilo son conjugados de manera no uniforme en la sección transversal, mediante un procedimiento de hilatura en húmedo utilizando un disolvente inorgánico, las fibras, una vez secadas, son hechas pasar a través de un baño de agua caliente en un estado en el que no se aplica a las mismas ni relajación ni tensión sustanciales y la velocidad de las fibras es casi una velocidad uniforme. Además, se refiere a un método para producir una estopa

.10

20-3-67

**POOR
QUALITY**



rizada o fibras cortadas, caracterizado porque en un procedimiento para producir fibras compuestas en el que dos clases de polímeros de acrilonitrilo son conjugados de manera no uniforme mediante un procedimiento de hilatura en húmedo utilizando un disolvente inorgánico, las fibras, una vez secadas, son hechas pasar a través de agua caliente en un estado en el que no se aplica a las mismas ni relajación ni tensión sustanciales, si se desea, se efectúa, simultáneamente con éste o en una etapa conveniente, un tratamiento con un aceite, después son secadas y calentadas o acondicionadas, después son sometidas a tratamiento con vapor de agua en una cámara de vapor de agua, subsiguientemente son secadas al mismo tiempo que se aplica una tensión que no pueda causar un desorden de la estopa, y después son tratadas con vapor de agua en la cámara de vapor de agua, y son sometidas a rizado mecánico, y si es necesario además son sometidas a cortado. También, se refiere a un método para la producción de fibras compuestas de acrilonitrilo, caracterizado por aplicar un conjunto de dos clases de polímeros, que tienen composiciones específicas, al método antes mencionado de producción de las mismas.

Un objeto del presente invento es crear un nuevo método mediante el cual se mejora o se controla el potencial de rizado de fibras compuestas de acrilonitrilo. Otro objeto del presente invento es crear un nuevo método mediante el cual se comunica un rizado mecánico apropiado y estable, que es necesario para las fibras de partida para la hilatura de fibras y similares, a las fibras compuestas de acrilonitrilo, que tienen alto po-



tencial de rizado, obtenidas por el método que se menciona anteriormente. Un nuevo objeto del presente invento es el de crear un método para producir fibras compuestas de acrilonitrilo que tienen una riqueza de tacto apreciablemente mejorada, y excelentes características de rizado, por un procedimiento de hilatura en húmedo utilizando un disolvente inorgánico. Otros objetos del presente invento resultarán evidentes a partir de la descripción que sigue.

5

10

En los dibujos anejos, la figura 1 es una vista de un aparato preferido para el tratamiento con agua caliente, que se ha de utilizar en el método del presente invento, y la figura 2 es una vista de una hilera preferible para la producción de fibras compuestas.

15

Los presentes inventores han encontrado el hecho sorprendente de que se puede aumentar apreciablemente el rizado que se ha de generar en el producto final, haciendo pasar las fibras compuestas de acrilonitrilo hiladas, una vez secadas, a través de un baño de agua caliente, mantenido a alta temperatura en un estado en el que no se aplica a las mismas ni relajación ni tensión sustanciales, sin variar la velocidad de paso de la estopa de las mismas, comparado con fibras que no han sido sometidas al tratamiento antes mencionado, incluso cuando las operaciones subsiguientes, tales como el segundo secado, el curado por calor para eliminar la contracción de las mismas y similares, se llevan a cabo similarmente en ambos casos.

20

25

30

El grado de aumento del rizado puede



5 variar algo dependiendo de la composición de las fibras,
de las condiciones de cada operación del procedimiento de
producción, antes de penetrar en el baño de agua caliente,
de las condiciones de las operaciones subsiguientes y si-
10 milares. Así es tan digno de mención, sin embargo, que
incluso fibras compuestas obtenidas respectivamente me-
diante las otras mismas operaciones, utilizando polímeros
que tienen la misma composición, resultan heterogéneas en
sus productos finales obtenidos, dependiendo de la exis-
10 tencia o ausencia del tratamiento con agua caliente y
del grado del tratamiento de las mismas.

Cuanto mayor es la temperatura a la
que las fibras son hechas pasar a través del baño, ma-
yor es el efecto logrado en las mismas. En el caso en
15 que se emplea agua, es conveniente utilizar un margen
de temperaturas entre 45 y 100°C., particularmente entre
65 y 100°C. Es también posible elevar la temperatura aña-
diendo sales al mismo.

Desde luego, incluso cuando la temperatu-
20 ra está por debajo del límite de 45°C., el efecto de la
misma puede no desaparecer, pero la acción de aumentar el
rizado de los mismos resulta pequeña, comparada con la
que se puede lograr a una temperatura tan alta como 90°C.
El efecto de esto resulta significativo preferiblemente
25 a una temperatura por encima de 70°C. El tiempo necesario
para el tratamiento con agua caliente es suficiente para
que se muestre el efecto del mismo en un período de tiem-
po tan corto como 1 a 10 segundos. -Si se emplea una ve-
locidad de desplazamiento de la estopa dentro del margen
30 de las que se utilizan usualmente en la práctica, es po-



sible realizar el tratamiento sin necesitar ningún aparato ni dispositivo especiales.

El tratamiento con agua caliente se realiza en un aparato tal como se muestra en la figura 1.

5 En este caso, es preferible hacer pasar la estopa a través del mismo con una velocidad de desplazamiento lo más próxima posible a una velocidad uniforme, es decir excluyendo el estirado de la misma en el baño de agua caliente, o la relajación y tensión. La tensión preferida aplicada a la estopa es menor de 5×10^{-5} g/denier. El efecto del presente invento disminuye proporcionalmente a los aumentos de tensión.

10

Los presentes inventores ya habían encontrado que las propiedades de las fibras compuestas resultan mejoradas apreciablemente cuando las fibras compuestas producidas por el procedimiento de hilatura en húmedo son secadas una vez hasta tener un contenido de agua menor de 15%, y preferiblemente son secadas sustancialmente casi hasta la sequedad absoluta, después son sometidas a tratamiento con agua caliente bajo una tensión menor de 5×10^{-5} g/denier, y son dejadas relajarse y contraerse suficientemente. Sin embargo, era un hecho inesperado el que se pudiera lograr dicho efecto solo haciendo pasar las fibras a través de agua caliente con una velocidad uniforme, sin permitir ninguna relajación de las fibras. No se puede lograr ningún efecto si las fibras son hechas pasar a través de vapor de agua con una velocidad uniforme, en lugar del tratamiento con agua caliente. Además, se ha observado que, incluso cuando las fibras son sometidas a tratamiento con

15

20

25

30



vapor de agua a una temperatura por debajo de 100°C antes del tratamiento con agua caliente, no cambia demasiado el efecto del tratamiento con agua caliente.

5

Era un hecho bastante sorprendente el que el grado de rizado pudiera variar aproximadamente en un 50% debido a una simple diferencia, entre aproximadamente 10°C y aproximadamente 40°C, entre las temperaturas empleadas para el tratamiento con agua caliente, a pesar del hecho de que se empleasen soluciones de hilatura que contenían casi los mismos polímeros, se hilase a través de la misma hilera y se produjeran fibras por medio de las mismas operaciones.

10

15

De esta manera, la mejora del potencial de rizado de las fibras, lograda mediante el tratamiento con agua caliente, hace posible producir muy fácilmente fibras compuestas, que tienen características de rizado distintas y variadas, empleando una combinación de casi los mismos polímeros, y ha dado como resultado la creación de medios técnicos muy importantes desde un punto de vista comercial.

20

25

Para practicar el presente invento, dos clases de polímeros son conjugados excéntricamente en una hilera para fibras compuestas, son hiladas, después, lavadas, estiradas y sometidas a tratamiento con un aceite, y a tratamiento de secado de acuerdo con el procedimiento de hilatura en húmedo de las fibras acrílicas ordinarias. La estopa así obtenida es hecha pasar a través de agua caliente en un corto pe-

30



ríodo de tiempo en un estado en el que no se aplica a la misma ni relajación ni tensión sustanciales, después es sometida a tratamiento con aceite y es secada, y es calentada o acondicionada adicionalmente a una temperatura por encima de 90° C. El calentamiento o acondicionamiento se lleva a cabo usualmente con vapor de agua saturado mantenido por encima de 98°C. Pueden obtenerse fibras, de excelente estabilidad dimensional en las subsiguientes operaciones, de propiedades mecánicas menos quebradizas, y de excelente tenacidad, en relación con un tratamiento realizado a temperatura más alta dentro de un margen que no cause perturbaciones tales como coloración de las fibras al calentar, excesiva contracción y similares. La estopa así calentada o acondicionada es hecha pasar a través de una guía de hilos en la que se combinan barras o rodillos para eliminar de la misma las fibras sueltas y fibjas en el mayor grado posible, y es hecha pasar a través de una cámara de vapor de agua de agua después de haber sido puesta en orden. En el caso de fibras acrílicas ordinarias, se crea un aparato de rizado mecánico del tipo de caja de relleno, subsiguientemente a la anterior operación, con lo cual las fibras pueden ser convertidas en el producto comunicando a dichas fibras rizados apropiados para la hilatura en dichas fibras. Sin embargo, se ha observado que en las fibras compuestas de alto potencial de rizado, tal como en el presente invento, es difícil comunicar o mantener un rizado apropiado para la hilatura de fibras y similares, en



tal como se mencionan seguidamente. La máquina de secado preferida es de un tipo de rodillo caliente, que tiene un manantial de calor en el interior de un rodillo que tiene una superficie suficientemente lisa, en el que el
5 secado puede transcurrir mientras está en contacto la estopa con la superficie del rodillo. Se puede emplear cualquiera de las que tienen un cierto número de rodillos que están dispuestos en la dirección de desplazamiento de la estopa, o dos rodillos que están combinados entre
10 si, en el tipo de máquina de Nelson.

De acuerdo con el método del presente invento, es posible comunicar libremente y mantener fácilmente un rizado mecánico deseado a fibras compuestas acrílicas, suficientemente calentadas o acondicionadas.
15 En este caso, se encontró que el efecto del mismo era significativo en relación con las fibras compuestas que tienen mayor potencial de rizado y están calentadas o acondicionadas de manera más suficiente.

Para llevar a cabo el método del presente invento, el tratamiento con vapor de agua en la primera
20 cámara de vapor de agua se puede efectuar con cualquier tipo de vapor saturado, insaturado o recalentado. En este caso, sin embargo, es preferible que el contenido de agua adherida a la estopa inmediatamente después de salir de la cámara de vapor de agua, sea
25 mayor que 1%, preferiblemente mayor que 3%. En la cámara de vapor de agua, la estopa puede ser hecha pasar a su través en un estado en el que la velocidad en la salida y en la entrada es casi uniforme y dicha estopa no está floja ni se suelta, o puede ser hecha pasar a
30



su través al mismo tiempo que se aplica un cierto estirado a la misma.

5 En la máquina de secado utilizada en el presente invento, por ejemplo una máquina de secado del tipo de rodillo caliente, la temperatura preferida de la superficie del rodillo es de 90 a 150°C, y preferiblemente de 110 a 130°C. En cuanto a la temperatura de la estopa, es preferible hacer pasar la estopa a través de la misma, a una temperatura media entre 80 y 10 120°C. En el caso del rodillo caliente, cuando la temperatura del mismo está por debajo de 90°C, disminuye el efecto del presente invento y, por el contrario, cuando esta temperatura pasa de 150°C, se pueden degradar las propiedades físicas de la estopa obtenida, 15 debido a un fenómeno tal como la aparición de un coloreado de la misma al calentar, y similares.

En la máquina de secado, es necesario hacer pasar la estopa a su través aplicando una tensión que no pueda causar desorden de la estopa. Tal como se 20 ha explicado anteriormente, la máquina de secado del tipo de rodillo caliente es la más preferida, pero se puede emplear también un secador de rayos infrarrojos o un secador de aire caliente. En el procedimiento de secar una estopa, puede no ser inconveniente aumentar 25 la tensión de la estopa hasta un cierto grado dentro de un margen que no pueda originar daño a cada fibra individual que constituye la estopa.

La estopa así obtenida puede ser sometida a rizado mecánico tal como está o sometiéndola a recalentamiento.



En la operación de recalentamiento, se pueden emplear medios conocidos tales como vapor de agua, aire caliente, aparatos de placa caliente y similares, y aparatos conocidos, pero se puede llevar a cabo favorablemente, en particular, con utilización de vapor de agua. En el caso de emplear vapor de agua, el tratamiento con vapor de agua en la segunda cámara de vapor de agua se puede realizar de manera similar al primer tratamiento con vapor de agua. En este caso, puede no ser inconveniente controlar opcionalmente la cantidad de vapor de agua que ha de ser inyectada mientras se observa el grado de rizado generado en la estopa en la subsiguiente operación en una caja de relleno.

En un procedimiento para comunicar rizado mecánico a fibras compuestas acondicionadas térmicamente o calentadas, era un hecho asombroso el que se resolviesen de un único tirón las dificultades encontradas usualmente en la operación de comunicar rizado mecánico, dividiendo la operación de tratamiento con vapor de agua en dos etapas y colocando un secador, por ejemplo, un rodillo caliente, entre las dos etapas de tratamiento, con vapor de agua, divididas de esta manera.

El método del presente invento se puede aplicar a una gran variedad de fibras compuestas acrílicas ordinarias, sin embargo, se puede encontrar que el efecto del mismo es significativo cuando las fibras compuestas son producidas por un procedimiento de hilatura en húmedo utilizando, como disolvente, un disolvente inorgánico, por ejemplo ácido nítrico.



A título de inciso, generalmente las fibras producidas por el procedimiento de hilatura en húmedo pueden ser susceptibles de resultar insatisfactorias en cuanto a la riqueza de tacto de las mismas, comparadas con las obtenidas por el procedimiento de hilatura en seco. Incluso en el mismo procedimiento de hilatura en húmedo, se puede observar dicha tendencia más frecuentemente en el caso de que se emplee un disolvente inorgánico que en el caso de un disolvente orgánico, y particularmente se encuentra que esta tendencia es apreciable cuando se emplea ácido nítrico como disolvente. Por lo tanto, es necesario tener cuidado al establecer las condiciones del mismo. Esta tendencia en la producción de fibras compuestas ha sido observada hasta ahora de manera clara y amplia, y solo se ha obtenido fibras que resultan ser insatisfactorias, cuando se emplean las combinaciones de polímeros ya conocidas.

Aquí, se ilustrará de manera más concreta una mejora en la riqueza de tacto. Esto implica una mejora que se puede manifestar por la transparencia y lustre de las fibras, el brillo de las fibras teñidas, la desaparición del matiz de color de tono pastel, la disminución de la susceptibilidad de las fibras de ser dañadas en operaciones ulteriores de tratamiento, y la disminución de la fibrilación, es decir en la disminución de la formación de pelusa, y tiene un significado importante en las propiedades practicables de las fibras y en las propiedades estéticas de las fibras. Con el fin de determinar el grado de riqueza de tacto de



las fibras, se pueden esperar algunas dificultades para
medir de manera cuantitativa cada una de las propiedades
antes mencionadas, excepto el grado de formación de pelusa,
pero la diferencia en la riqueza de tacto de las
5 fibras resulta clara a simple vista, cuando se examinan
mutuamente estas diferencias entre muestras de ensayo
respectivas. Se puede comprender fácilmente que el efecto
del presente invento, sea tan grande que afecta al
valor comercial del producto final. Por lo tanto, uno
10 de los objetos del presente invento es crear un método
para producir fibras compuestas de acrilonitrilo de
excelente potencial de rizado, así como excelentes propiedades
de riqueza de tacto y similares, mediante un procedimiento
de hilatura en húmedo utilizando un disolvente inorgánico,
15 y se ha encontrado que se puede lograr este objeto aplicando
dos clases de polímeros que tienen composiciones específicas,
seguidamente descritas.

De acuerdo con el método del presente invento,
20 se pueden emplear dos clases de polímeros A y B,
tales que se cumplan simultáneamente las desigualdades
que se mencionan seguidamente.

336678



como componente A

$$0,55 \cot (1,57 x) - t + 5,6 < 0 \quad (1)$$

$$700 x + t - 423 < 0 \quad (2)$$

$$0,83 x + t - 11,5 < 0 \quad (3)$$

como componente B

$$5 \quad 0,55 \cot (1,57 x) - y + 5,6 > 0 \quad (4)$$

$$700 x + y - 423 > 0 \quad (5)$$

$$1,57e^x - y - 0,35 < 0 \quad (6)$$

y

$$10 \quad t - z \geq 0 \quad (7)$$

$$- \left\{ 4 - \frac{t+z}{4} \right\}^2 < 0 \quad (8)$$

$$t - z - 5e$$

15 o

como componente A

$$0,55 \cot (1,57 x) - t + 6,6 < 0 \quad (9)$$

$$700 x + t - 423 < 0 \quad (2)$$

$$0,83 x + t - 11,5 < 0 \quad (8)$$

$$20 \quad t - z \geq 0 \quad (7)$$

$$- \left\{ 4 - \frac{t+z}{4} \right\}^2 < 0 \quad (8)$$

$$t - z - 5e$$

336678

25 como componente B

$$0,55 \cot (1,57 x) - t + 5,6 < 0 \quad (1)$$

$$700 x + t - 423 < 0 \quad (2)$$

$$0,83 x + t - 10,5 < 0 \quad (10)$$

$$t - z > 0 \quad (11)$$

$$- \left\{ 4 - \frac{t+z}{4} \right\}^2 > 0 \quad (12)$$

$$t - z - 53$$

30

20-3-67



y se pueden emplear además dos clases de polímeros A y B, tales que cuando los valores x, z y t del componente A están definidos como xA, zA y tA, respectivamente, y los valores del componente B están definidos como xB, zB y tB, respectivamente, se cumplen simultáneamente las desigualdades seguidamente mencionadas.

5

$$x_A - x_B \leq 0 \quad (13)$$

$$z_A - z_B \leq 6 \quad (14)$$

$$z_B \leq 0 \quad (14')$$

10

$$t_A - t_B \leq 1,0, \text{ preferiblemente}$$

$$t_A - t_B \leq 1,2 \quad (15)$$

en que x es el porcentaje en peso de ésteres de ácido metalilsulfónico o ácido acrílico ó ácido metacrílico de un sulfo-alcohol " contenidos en los polímeros respectivos; t es el porcentaje en peso de la cantidad total de "éster de ácido acrílico o ácido metacrílico, y acrilamida o metacrilamida"; y z es el porcentaje en peso de "acrilamida o metacrilamida", e y es el porcentaje en peso de "éster de ácido acrílico o ácido metacrílico".

15

20

Las fibras compuestas producidas de acuerdo con el método del presente invento utilizando dos clases de polímeros A y B, definidas dentro de dicho margen que se menciona anteriormente, tienen un grado apreciablemente excelente de riqueza de tacto, comparado con las producidas utilizando dos clases de polímeros fuera del margen antes mencionado. Además, los productos preparados utilizando dichas fibras compuestas, tales como hilos voluminosos, artículos tejidos de punto,

25

30



5 telas tejidas en telar y similares, tienen una recuperación de la distorsión muy buena después de eliminar la tensión, y se observa la característica de que la distorsión de los mismos puede desaparecer bien cuando se lava o cuando simplemente se deja reposar a la temperatura ambiente.

10 For el contrario, las fibras compuestas producidas utilizando polímeros que no satisfacen las exigencias de composición antes mencionadas, tienen diversos defectos. Por ejemplo, cuando se emplea para la producción de fibras compuestas una combinación de polímero en que los signos de las desigualdades de la fórmula (1) del componente A están invertidos, y polímero del componente B, se obtienen fibras compuestas en las que la riqueza de tacto resulta considerablemente disminuida, y que son susceptibles de ser dañadas debido a un impacto mecánico. En dichas fibras compuestas, se observa frecuentemente en las operaciones de tratamiento ulterior un fenómeno de fibrilación, es decir la denominada formación de pelusas, y consiguientemente la calidad de los hilados obtenidos es susceptible de disminuir. Además de esto, cuando dichos hilados son teñidos con colorantes catiónicos, se observa frecuentemente que el color se blanquea ligeramente y está falto de claridad. El hecho anterior muestra que cuanto mayor resulta la cantidad total de $(y + z)$ en las composiciones, que puede ser determinada por las fórmulas (2), (3), (7) y (8), y la fórmula (1) en que se han invertido los signos de desigualdad, tanto mayor resulta el grado de las mismas, y el rizado en el sentido



práctico no desaparece cuando se permite aproximarse a las composiciones de ambos componentes. Además, los defectos resultan más significativos cuando ambos signos de las desigualdades en la fórmula (1) del componente A y en la fórmula (6) del componente B están invertidos, y resulta difícil obtener un cuerpo filamentososo uniforme en la operación de hilatura si tanto y como z son pequeñas. Además, cuando se invierte el signo de la desigualdad de la fórmula (4) del componente B, y cuando se invierten los signos de las desigualdades de la fórmula (1) del componente A y la fórmula (4) del componente B, es susceptible de aparecer un tejido no uniforme de las fibras mediante el colorante, y es susceptible de aparecer el fenómeno de blanqueo del color cuando las fibras son teñidas profundamente, y aparecen frecuentemente daños para las fibras cuando se aplican cargas repetidas a las fibras. Más aún, las fibras producidas utilizando un componente A en el que está invertido el signo de desigualdad de la fórmula (3), no dan resultado favorable ya que el contenido de acrilonitrilo contenido en los polímeros de acrilonitrilo resulta pequeño. En este caso, además de la inversión en la fórmula (3), cuando el contenido de acrilamida aumenta de acuerdo con la relación entre las fórmulas (7) y (8), además del aumento en la dificultad de controlar las operaciones de producción de los polímeros, se observa en algunos casos la aparición de adherencia entre las fibras individuales, en la operación de secado subsiguiente a la operación de hilatura. Así, se puede dar el caso en que se comunique un impedimento vital a la



capacidad de generación de rizado, que es una de las características de las fibras compuestas. Además, generalmente disminuye la estabilidad térmica de las fibras, por ejemplo como un aumento en la coloración al calentar y similares. Cuando se emplea una combinación de polímeros dentro del margen del componente B, solo se pueden obtener fibras compuestas insatisfactorias que tienen muy pequeños rizos generados, que tienen mala recuperación de la distorsión y también mala riqueza de tacto.

5

10

15

Seguidamente, se ha encontrado que las fibras compuestas obtenidas de las composiciones preparadas de acuerdo con la fórmula (9), (2), (3), (7), (1), (10), (11), (12), (14), (14') y (15), al emplear las presentes operaciones del procedimiento, dan propiedades más excelentes que las fibras compuestas obtenidas a partir de las composiciones preparadas de acuerdo con las fórmulas (1), (2), (3), (4), (5), (6), (7) y (8).

20

25

El hecho anterior se considera que puede ser atribuido principalmente al hecho de que en la producción de fibras compuestas, cuando las dos clases de polímeros que se han de conjugar tienen composiciones lo más próximas posibles, se encuentra que las fibras compuestas resultantes están más libres de defectos en las propiedades como fibras y están bien equilibradas.

30

20-3-67

Además, se deberá sobreentender naturalmente que se pretende que las fórmulas antes mencionadas muestren los límites amplios de las composiciones de polímeros y no se considera que representen el



límite exacto de las mismas en el sentido denominado matemático.

Los componentes del copolímero, que se han de utilizar en las fibras compuestas incluyen

5 acrilamida, metacrilamida, éster acrílico o éster metacrílico, ácido metalil sulfónico, éster acrílico o éster metacrílico de sulfoalcohol. En este caso, el ácido sulfónico puede estar en la formade ácido li-

10 bre o en la forma de sal, tal como la de sodio, potasio, o similar. Como sulfoalcohol, se pueden mencionar preferiblemente sulfoetanol, sulfopropanol, sulfobutanol, y similares. Cuando se utiliza acetato de vinilo en lugar de un éster acrílico o un éster metacrílico, tal como acrilato de metilo o metacrilato de metilo, las

15 fibras compuestas obtenidas tienden a la separación de fibras, y además de esto la coloración de las fibras resulta significativa cuando las fibras son tratadas térmicamente en la operación subsiguiente. Cuando se utiliza estireno, es insuficiente el aumento obtenido

20 de la riqueza de tacto de las fibras compuestas obtenidas, las fibras compuestas resultan quebradizas y es difícil de obtener un color claro después de teñir. En los casos en que se emplearon cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno y similares, los resultados

25 eran similares al caso de estireno. Cuando se utiliza un ácido distinto del ácido sulfónico, por ejemplo un ácido carboxílico tal como ácido itacónico, ácido acrílico, etc., no es bueno el grado de blancura de las fibras compuestas obtenidas, es mala la fijeza a la luz del sol del colorante empleado, y tampoco son

30



favorables las propiedades de las fibras en su conjunto. Desde el punto de vista de la riqueza de tacto de las fibras obtenidas, se obtiene el resultado más preferible cuando se emplea como ácido sulfónico el éster acrílico o éster metacrílico de un sulfoalcohol, seguido por ácido metililsulfónico. Se ha observado que había diferencia entre otros ácidos sulfónicos, por ejemplo ácido estireno sulfónico, ácido alil sulfónico y similares.

5

10

Además, cuando se emplea metacrilamida, comparado con la acrilamida, la coloración de las fibras después de teñir puede ser inferior en algunos casos, dependiendo de la clase de colorantes empleados, pero las otras propiedades de las mismas son superiores o casi iguales a las de la acrilamida.

15

20

En el presente invento, es natural que aún cuando se introduzcan otros componentes distintos de los componentes de polímero antes mencionados, durante la reacción de polimerización, o cuando la disolución en el disolvente, en la molécula o en la parte terminal de la molécula, por ejemplo, aparezca alguna desnaturalización de los polímeros que introduzca una estructura heterogénea en los mismos, o se introduzca una ligera cantidad de monómero del quinto componente susceptible de ser copolimerizado, no pueda haber peligro en tanto no desvíen de la esencia del presente invento. Además, los polímeros de cada componente utilizado en el presente invento son preferiblemente copolímeros, y resulta difícil obtener fibras satisfactorias en cuanto a la riqueza de tacto

25

30



y otras propiedades, cuando se utiliza una simple mezcla.

Los polímeros que constituyen estas fibras compuestas pueden ser polimerizados por métodos conocidos. Por ejemplo, se pueden utilizar iniciadores de polimerización convencionalmente conocidos, tales como peróxido de hidrógeno, sales de amonio o metal alcalino de ácido persulfúrico y ácido perbórico, peróxido de benzoilo, 2,2'-azobis isobutironitrilo, compuestos sulfoxi susceptibles de ser reducidos y peróxidos solubles en agua, por ejemplo persulfato y sulfito ácido de sodio, o hidroxil-amino-sulfonatos, hidroxil-urea-sulfonatos y sulfito ácido de sodio y similares. La polimerización se puede realizar por polimerización en masa, por polimerización con precipitación, polimerización en suspensión, polimerización en emulsión, polimerización en solución con disolvente polímero y similares. La temperatura de polimerización y el pH pueden variar de acuerdo con el método de polimerización y el iniciador de polimerización empleados, pero se deben seleccionar entre un margen de temperaturas de -10°C a 100°C y un margen de pH entre 1 y 7. Además, se pueden emplear cualquier método de polimerización de tipo continuo, semicontinuo o discontinuo. Además como auxiliares de polimerización, se pueden utilizar, si es necesario, mercaptanos, aminas, agentes tensioactivos y similares.

El disolvente inorgánico que se utiliza en el presente invento incluye la solución concentrada convencionalmente conocida de sustancia inorgánica, por ejemplo ácidos inorgánicos tales como ácido nítri-



co, ácido sulfúrico y similares o rodinato de potasio, rodinato de calcio, cloruro de zinc, cloruro de calcio y similares. El ácido nítrico concentrado, mediante el cual se muestra preciablemente el efecto del presente
5 invento, comprende los que tienen una concentración de aproximadamente 60-75% y están purificados de manera que contengan menos de aproximadamente 0,01% de óxidos de nitrógeno. Cuando se disuelven polímeros de acrilonitrilo con utilización de dicho ácido nítrico,
10 es preferible mantener por debajo de 5°C la temperatura del mismo. Como baño de coagulación, se puede utilizar usualmente una solución acuosa de ácido nítrico con una concentración de 28 a 40%, mantenida por debajo de 5°C.

15 La figura 1 de los dibujos anejos es una vista esquemática de un aparato preferido, empleado para llevar a cabo el tratamiento con agua caliente, en que (A) es un rodillo de entrada de la estopa , (B) representa un rodillo de salida de la estopa, y
20 (C), (C') y (C'') representan rodillos de guía de la estopa, colocados en el aparato. En los dibujos, las líneas llenas, de puntos, y de punto y raya ilustran ejemplos de maneras de hacer pasar la estopa sobre los rodillos de guía, pero la estopa puede ser hecha
25 pasar sobre los rodillos de guía combinada apropiadamente de manera distinta que las antes mencionadas, y cualquiera de diversas modificaciones puede no ser perjudicial, siempre que no se desvie del alcance del objeto del presente invento. La figura 2
30 es una vista de un ejemplo de hilera empleada para



llevar a cabo el presente invento, en el que se ilustra simplemente el principio de la misma, con el fin de dar una explicación más clara. La placa frontal (1) de la hilera está fuertemente adherida a la base de hilera (3) mediante el tornillo (2). Se introducen en los espacios (4) y (7), y en los espacios (5) y (6), respectivamente, dos clases de soluciones de hilatura A y B, que contienen respectivamente diferentes polímeros. Las soluciones de hilatura introducidas en los espacios (4) y (5) son transferidas al espacio (8), y las soluciones de hilatura introducidas en los espacios (6) y (7) son transferidas al espacio (9), después son extruídas respectivamente a través de los orificios (10) y (11) en la forma de un cuerpo de tipo filamentoso en un baño de coagulación situado debajo. En este caso, las soluciones de hilatura procedentes de los espacios (4) y (7) llenan respectivamente las partes exteriores de los espacios (8) y (9), y las soluciones de hilatura procedentes de los espacios (5) y (6) llenan las partes interiores de los espacios (8) y (9) y cuando son extruídas respectivamente desde los orificios (10) u (11), ambas soluciones de hilatura A y B se adhieren a modo de bimetálica para formar fibras compuestas. Desde luego, cambiando la forma de la hilera, se puede dar a la fibra compuesta una estructura del tipo de vaina y núcleo y se puede obtener libremente cualquier forma de sección transversal de las fibras tal como forma circular, plana o similar. Además, es también posible que incluso la estructura del tipo bimetálica pueda ser convertida par-



cialmente en una estructura de tipo emparedado, dependiendo del estado de la hilera. En la figura 2, (12) representa un bastidor de soporte para la placa frontal de la hilera y la base de hilera.

5 En el presente invento se pueden emplear libremente dos componentes en una relación aproximada entre 20/80 y 80/20, sin embargo, se utilizan usualmente en cantidades casi iguales. Además, de acuerdo con un objeto del invento, la relación anterior puede
10 variar en la dirección axial de la fibra.

 Los siguientes ejemplos están dados para ilustrar el presente invento, pero sin embargo no se ha de considerarlos como limitativos del invento de ninguna manera. En estos, todos los porcentajes están
15 en peso, salvo que se especifique lo contrario.

Ejemplo 1.-

 Se produjeron cuatro clases de polímeros con utilización de ácido hidroxinitrilo-monosulfónico y sulfito ácido de sodio, como iniciadores de poli-
20 merización.

Simbolo del polímero	Desigualdades que han de ser satisfechas	Acrilonitrilo (%)	Acrilamida (%)	Acrilato de metilo (%)	Metacrilato de sulfato (%)
a	(1)(2)(10) (11)(12)	91,5	0	8,0	0,5
b	(9) (2) (3) (7)(8)	89,95	6,9	2,7	0,45
c	(9)(2)(3) (7)(12)	89,95	2,7	6,9	0,45
d	(4)(5)(6)	95,1	0	4,1	0,8



20-3-67

336678



Cada uno de estos polímeros fué disuelto a una concentración de 18%, en un ácido nítrico purificado al 72% mantenido a -10°C . Dos componentes fueron extruídos desde una hilera conjugada que tenía 1200 orificios, en ácido nítrico al 28% mantenido a -10°C , de manera que ambos componentes pudieran ser conjugados en cantidades equivalentes para formar cuerpos del tipo de fibra compuesta.

(A) Los cuerpos del tipo de fibra compuesta así obtenidos fueron lavados suficientemente con agua y después fueron estirados hasta 8 veces su longitud original en agua caliente mantenida a 98°C , para obtener filamentos de 3 deniers. Los filamentos así obtenidos fueron secados después de someterlos a un tratamiento con aceite conocido, con lo cual se preparó una estopa. Después, la estopa fué hecha pasar a través de una guía de estopa que tenía una combinación de varillas de acondicionamiento térmico o calentamiento en vapor de agua saturado a 120°C ., para poner en orden la forma de la estopa mientras se extiende, es introducida en una cámara de vapor de agua y sometida a tratamiento con vapor de agua a la presión normal para poner en orden adicionalmente la forma de la estopa. Allí, la estopa fué secada con una máquina de secado del tipo de rodillo caliente bajo ligera tensión, a una temperatura de la superficie de los rodillos de 120°C y a una temperatura de la estopa de 100°C y la estopa secada fué introducida inmediatamente en un aparato rizador del tipo de turbina para dar a la estopa un rizado mecánico, y la estopa fué cortada en fibras



de longitud media de 102 mm.

5 (B) Una parte de la estopa así hilada fué lavada con agua, estirada térmicamente hasta 8 veces la longitud original, después fue sometida al tratamiento con aceite, y fué sometida a la primera etapa de se-
10 cado. Después, de acuerdo con el método del presente invento, la estopa así tratada fue hecha pasar a través de agua caliente durante 2 segundos, bajo una tensión menor de aproximadamente 5×10^{-5} g/denier, con una velocidad uniforme. La estopa resultante fué sumergida después de manera continua en el baño de aceite de segunda etapa, mantenido a 65°C , bajo una
15 tensión de 2×10^{-2} g/denier, y además se comunicó a la estopa un rizado mecánico con un aparato rizador, y después fué secada a 110°C . Además, la estopa fue calentada o acondicionada térmicamente de manera discontinua con vapor de agua a 120°C . Entonces la estopa fue extendida con una guía de estopa de la misma
20 manera que en (A), fué hecha pasar a través de una cámara de vapor de agua mientras se ponía en orden la forma de la estopa, fué hecha pasar a través de una máquina de secado del tipo de rodillo caliente, después fue hecha pasar a través de un aparato rizador para dar a la estopa un rizado mecánico, y entonces
25 fue cortada en longitudes de 102 mm.

30 Una parte de las fibras cortadas brutas respectivas así obtenidas, fué sometida a diversos ensayos, tales como medición de propiedades mecánicas tales como el alargamiento ordinario y similares, ensayos de fragilidad mediante un molino de



5 bolas, ensayo de teñido, ensayo en un estado de generación de rizado natural cuando se somete a tratamiento térmico, y ensayo en un estado de generación de rizado cuando se trata con vapor de agua en agua caliente a
10 90°C. o con vapor de agua a 100°C, después de hervir el material de partida de fibras cortadas durante una hora en un estado en el que dichas fibras cortadas son fijadas hasta la longitud de fibras mediante un bastidor de fijación, y retirar el bastidor de fijación. Después de esto, una porción principal de las fibras cortadas brutas respectivas fué enviada a la operación de hilatura de fibras a través de la carda.

15 En la operación de hilatura de fibras, se hilaron hilos de dos capas respectivamente, de un número de 22. En este caso, se han investigado la propiedad de generación de pelusa, el estado de hilatura de los hilados, los filamentos rotos, el aspecto de los hilados y similares. Además, se han hecho una variedad de investigaciones u observaciones tales como el
20 comportamiento de los hilados cuando son teñidos, los problemas de los hilados cuando son tejidos en telar o de punto, y la medición de las propiedades físicas de los productos finales, tales como hilos para punto a mano, tejidos de punto, tejidos de telar y similares.
25

Las combinaciones de polímeros empleados para la producción de fibras compuestas eran las siguientes:

336678



5

10

Fibras compuestas Nº	Combinación de polí- meros
(I)	a - b
(II)	a - c
(III)	b - d
(IV)	a - d

15

20

Primeramente, en el caso (A), en que no se efectuó el tratamiento con agua caliente de acuerdo con el presente invento, los filamentos de las fibras compuestas número (IV) mostraron que eran frágiles y quebradizos teniendo en cuenta el resultado de un ensayo en molino de bolas efectuado con la materia prima de fibras cortadas de los mismos, en el cual la proporción de fibras dañadas era grande, y el hecho de que se generó pelusa en gran cantidad en la operación de hilatura de fibras. Además, cuando los filamentos fueron sometidos a un ensayo de teñido utilizando Sebron Green B, no se pudo obtener en el producto teñido ningún color claro (se hace referencia a la siguiente tabla).

25

Además, las cuatro clases de fibras compuestas antes mencionadas fueron introducidas en agua caliente a 100°C para determinar el grado de rizado generado en las mismas, en un estado en el que se dejó libre a los filamentos. Como resultado, se encontró que los rizos generados en las fibras



compuestas números (I) y (II) estaban en número excesivamente pequeño.

Fibras compuestas muestra nº	Proporción de fibras dañadas en un ensayo de molino de bolas (%)	Generación de pelusa en la hilatura de las fibras
(I)	6	muy pequeña
(II)	8	" "
(III)	7	" "
(IV)	13	pequeña

Tal como ha resultado claro a partir de los resultados de los diversos ensayos antes mencionados, se encontró que las fibras compuestas del número (IV) que se apartan del alcance del presente invento, son algo inferiores.

En segundo lugar, en el caso (B), en que se efectuó el tratamiento con agua caliente de acuerdo con el método del presente invento, se encontró que cuando la estopa rizada, antes de cortar, fue hervida libremente en agua caliente y después fue secada a 70°C para determinar el grado aparente de contracción, la capacidad de generar rizos mejoró marcadamente y el grado aparente de contracción aumentó mediante el tratamiento con agua caliente. Los datos obtenidos con las muestras de las fibras compuestas del número (I) están indicados en la



siguiente tabla:

5	Temperatura de tratamiento con agua caliente °C.	Grado aparente de contracción acompañada de generación de rizado potencial (%)		
		Carga aplicada para determinar la longitud del filamento después de hervir libremente y secar (mg/denier)		
10		10	50	200
	60	12,9	7,4	3,3
15	70	13,8	8,1	4,1
	80	17,4	10,6	4,8
	90	22,1	13,6	5,5
	100	29,8	18,6	5,9

20 A partir de los resultados anteriores, resulta claro el efecto del tratamiento con agua caliente y se sobrentiende que las fibras compuestas número (I) se consideraron anteriormente en el experimento (A) como dotadas de una capacidad insuficiente de generación de rizado, resultaron poseer ahora una

26 eficacia de rizado suficientemente practicable.

Los hilados preparados utilizando sólo las fibras compuestas números (I), sometidas a tratamiento con agua caliente a 80°C, fueron elaboradas hasta diversas clases de productos, y los hilados



5 preparados utilizando unamezcla de 50% de las fibras
compuestas número (I), sometidas al tratamiento con
agua caliente a 100°C, y 50% de fibras acrílicas or-
dinarias que no son fibras compuestas, fueron elabo-
rados hasta diversas clases de productos. Estos pro-
ductos fueron comparados con telas textiles fabrica-
das utilizando diversas fibras compuestas de los nú-
meros (I) a (IV), preparadas sin aplicar el método
del presente invento. Los productos fabricados de
10 acuerdo con el método del presente invento, com-
parados con los fabricados de otra manera, tienen
un grado de generación de voluminosidad que es
mejor en promedio aproximadamente en 20-10%
que el de los últimos, cuando los productos res-
pectivos fueron tratados libremente con vapor de
15 agua después de hervir durante una hora, en un
estado en que se restringe la contracción de los
mismos. El grado de generación de voluminosidad, tal
como se utiliza aquí, significa el porcentaje de
contracción del producto obtenido cuando éste es her-
20 vido durante una hora en un estado en que se res-
tringe la contracción del mismo, después es secado con
aire caliente a 70°C, y es tratado libremente, con
vapor de agua a 100°C durante 10 minutos, basado
25 sobre la contracción del producto obtenido que se
define como 100 cuando éste es hervido durante una
hora en un estado en el que no se restringe la con-
tracción del mismo, y es secado con aire caliente
a 70°C. Además, los resultados de los presentes pro-
ductos, son iguales o superiores a los de las mejores
30



5 fibras compuestas números (III), entre las fibras compuestas preparadas sin aplicar el método del presente invento, desde cualquiera de los puntos de vista, tales como la recuperación de la contracción, la riqueza de tacto, la aptitud para ser teñidos y similares.

Ejemplo 2.-

10 Se produjeron los siguientes polímeros, utilizando 2-2'-azobisisobutironitrilo como iniciador de polimerización.

20-3-67

336678

Simbolo del polímero	Desigualdades que han de ser satisfechas	Acriloni-trilo (%)	Acril-amida (%)	Acrilato de metilo (%)	Metall-sulfonato de sodio (%)
e	(1)(2)(10) (11)(12)	91,00	0	8,50	0,50
f	(2)(3)(7) (8)(9)	89,90	9,72	0	0,38

80





Estos polímeros fueron disueltos separada-
mente en ácido nítrico al 70% suficientemente purifica-
do, mantenido a -8°C , que tenía un contenido de óxidos
de nitrógeno menor de 0,0005%, manteniendo una con-
centración de 15%. Después de llevar a cabo la desairea-
ción y la filtración, las soluciones respectivas fueron
extruídas simultáneamente desde una hilera conjugada
que tenía una placa de 1500 orificios de manera que la
relación de conjugación de ambos componentes pudiera ser
de 50:50. El baño de coagulación contiene ácido nítrico
al 30% mantenido a -5°C . Los productos extruídos fueron
lavados suficientemente con agua, después fueron estira-
dos hasta 7,5 veces la longitud original en agua ca-
liente a 100°C . y fueron secados después de añadir el
aceite. La estopa secada fué hecha pasar continuamente,
en aproximadamente 3 segundos, a través de agua caliente
a $60-100^{\circ}\text{C}$. bajo una tensión de 12×10^{-5} g/denier
con una velocidad casi uniforme, y fue secada después
de ser sometida a un nuevo tratamiento con aceite. La
estopa así secada fué acondicionada térmicamente o ca-
lentada en vapor de agua saturado a 120°C , fue puesta
en orden y sometida a tratamiento con vapor de agua.
La estopa fué hecha pasar a través de una máquina de
secado del tipo de rodillo caliente en la que la tempe-
ratura de la superficie del rodillo es de 110°C , mien-
tras se aplicaba una ligera tensión, para mantener la
temperatura de la estopa a 90°C , fué recalentada con
vapor de agua a la presión normal y fue introducida
en un aparato rizador del tipo de caja de relleno
para comunicarle rizado mecánico. La estopa resultante

30
20-3-67



5 fue cortada, cuando se empleó para la producción de hilados y otros productos textiles. Cuando la estopa, inmediatamente antes de ser sometida a cortado, es calentada con vapor de agua o agua caliente, tiene lugar una contracción aparente de la misma debido a la generación de rizos. El grado de contracción puede variar dependiendo de la temperatura del tratamiento con agua caliente que se utiliza en el presente invento, para dar una amplia variedad de valores del mismo. Los resultados están mostrados en la siguiente tabla.

10

Grado aparente de contracción
acompañada con generación de
rizado potencial (%)

15

20

25

30

		Carga aplicada a la estopa cuando se mide el grado aparente de contracción (mg/decier)		
		10	50	200
Temperatura del tratamiento con agua caliente °C.	60	12,9	7,8	3,5
	70	14,3	8,9	4,4
	80	19,7	11,5	4,7
	90	24,2	14,6	5,2
	100	30,3	18,9	6,0

20-3-67



Las estopas, tratadas respectivamente a 80°C y 100°C, fueron seleccionadas de las tratadas a temperaturas diferentes del tratamiento con agua caliente, y fueron cortadas respectivamente para dar una longitud media de fibras de 102 mm. Se mezclaron, respectivamente, 70% de estas fibras, 0%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50% y 60% de fibras acrílicas ordinarias, que no son fibras compuestas. Las mezclas resultantes fueron hiladas, respectivamente, hasta fibras. Una parte de los valores de los grados aparentes de contracción de los hilados, en los que se expresa por conveniencia la propiedad de formación de voluminosidad de dichos hilados cuando son teñidos y se les comunica voluminosidad, se muestran en la siguiente tabla. La medición se realizó midiendo la longitud L200 de los hilados antes de comunicarles voluminosidad bajo tensión de 200 mg/denier, y la longitud 137,5 de los hilados después de comunicarles voluminosidad bajo tensión de 37,5 mg/denier, y calculando los valores de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{Grado de contracción aparente} = \frac{L_{200} - L_{37,5}}{L_{200}} \times 100$$



	Porcentaje de fibras mezcladas	0	10	20	30	40	50	60
5	Hilados tratados con agua calien- te a 80°C.	19	17,5	15	-	-	-	-
10	Hilados tratados con agua calien- te a 100°C.	-	-	-	-	19,5	18	15

Tal como resulta evidente a partir de los resultados de la tabla, es posible producir las fibras cortadas brutas apropiadas para la fabricación de tejidos muy mezclados y las fibras cortadas brutas apropiadas para la fabricación de tejidos poco mezclados a partir de la misma combinación de polímeros, mediante diferencias en la temperatura del tratamiento con agua caliente.

Ejemplo 3.-

Se produjo el siguiente polímero utilizando ácido hidroxisulfónico y sulfito ácido de sodio como iniciadores de polimerización.

336678



5

Símbolo del polímero	Desigualdades que han de ser satisfechas	Acrido-nitrilo (%)	Acrido-amida (%)	Metacrilato de metilo (%)	Meta-lilsulfonato de sodio (%)
10 g	(2)(3)(7) (8)(9)	89,95	6,90	2,70	0,45

15 Utilizando el polímero antes mencionado y el polímero (a) del ejemplo 1, se produjeron fibras compuestas de la misma manera que en el Ejemplo 2. Como resultado se obtuvieron fibras compuestas en las que el grado de contracción de las mismas varía dentro de un amplio margen, debido a la diferencia de temperatura del tratamiento con agua caliente, que tienen una gran riqueza de tacto y tienen una excelente recuperación de la distorsión.

20

Ejemplo 4.-

25 Se produjeron los siguientes polímeros utilizando 2,2'-azo bis-isobutirónitrilo como iniciador de polimerización.

336678

Polímero nº	Desigualdades que han de ser satisfechas	Acrilonitrilo (%)	Metacrilamida (%)	Metacrilato de metilo (%)	Metacrilato de sulfopropilo (%)
1	(2)(3)(7) (8)(9)	90,45	9,25	0	0,3
2	(1)(2)(10) (11)(12)	92,4	3,0	4,1	0,5



20-3-67

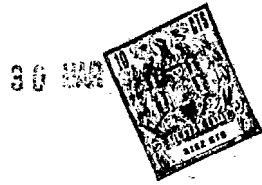
336678



Los polímeros fueron disueltos en ácido nítrico al 70% purificado mantenido a -10°C , en una concentración de 16%. Ambas soluciones fueron extruídas a través de una hilera conjugada que tenía 1500 orificios, en ácido nítrico al 30% mantenido a -5°C , de manera que ambos componentes pudieran ser conjugados en una relación equivalente para formar una fibra compuesta. Después de lavar suficientemente con agua, el producto extruído fué estirado hasta 6 veces la longitud original, para obtener un tamaño de 3 denier, y fue secado después de ser sometido al tratamiento conocido conácite.

La estopa de fibras compuestas secadas fué calentada o acondicionada térmicamente de manera suficiente con vapor de agua saturado de 120°C mediante el método conocido, fue introducida sucesivamente en una cámara de vapor de agua mientras que la estopa era puesta en orden suficientemente con una guía de estopa que tenía una combinación de barras. Se colocó un aparato de rizado mecánico del tipo de caja de relleno subsiguientemente a la cámara de vapor de agua, y se intentó dar un rizado a la estopa, pero no se pudo obtener un buen rizado mecánico.

La estopa retirada de la cámara de vapor de agua fue introducida en una máquina de secado del tipo de rodillo caliente, fue secada hasta un contenido de agua de aproximadamente 3% bajo una tensión de o aproximadamente 5×10^{-2} g/denier y a 110°C de temperatura de la superficie del rodillo que está en contacto con la estopa, fué introducida sucesivamente en una cámara de vapor de agua para calentar y dar a la estopa un



rizado mecánico.

Se pudo comunicar a la estopa cualquier rizado, dependiendo de las condiciones de funcionamiento del aparato de rizado mecánico.

5 Además, el contenido de agua de la estopa, inmediatamente después que esta fué retirada de la cámara de vapor de agua de la primera etapa, era de 4%, y la estopa fué hecha pasar a través de la cámara de vapor de agua bajo una tensión de aproximadamente 10 7×10^{-2} g/denier, de manera que no se pudiera permitir aflojarse a la estopa.

Ejemplo 5.-

15 Se produjeron las dos siguientes clases de polímeros utilizando ácido hidroxinitromonosulfónico y sulfito ácido de sodio como iniciadores de polimerización.



Polímero nº	Desigualdades que han de ser satisfechas	Acrílo-nitrilo (%)	Acríl-amida (%)	Acrilato de metilo (%)	Metallil-sulfonato de sodio (%)
3	(1)(2)(3) (7)(8)	91,0	6,5	2,0	0,5
4	(4)(5)(6)	94,2	0	5,0	0,8



Estos polímeros fueron disueltos, respectivamente, en ácido nítrico al 68% purificado, en una concentración de 16%. Las soluciones fueron extruídas a partir de una hilera conjugada que tenía
5 900 orificios, en ácido nítrico al 30% mantenido a -5°C, de manera que la relación de conjugación de ambos componentes pudiera ser de 1:1, y los productos extruídos fueron estirados hasta 8 veces la longitud original en agua caliente a 98°C, para obtener
10 filamentos de 3,0 denier.

Después, los filamentos fueron sometidos al tratamiento conocido con aceite, y después fueron secados para realizar el acondicionamiento térmico o calentamiento con vapor de agua de acuerdo con el procedimiento usual. Después de esto, se comunicó a los
15 mismos rizado mecánico. En este caso, sin embargo, se obtuvo un resultado significativamente favorable en el caso en que se empleó la misma máquina de secado del tipo de rodillo caliente que en el ejemplo 1, comparado con el caso en el que ésta no se empleó.
20

Ejemplo 6.-

En el Ejemplo 5, la estopa secada después del tratamiento con aceite, fué hecha pasar a
25 través de agua caliente a 90°C durante 3 segundos, bajo una tensión de 10^{-5} g/denier sin relajación ni estirado, y fue sometida de nuevo al tratamiento con aceite y fue secada. La estopa resultante fué acondicionada térmicamente o calentada de la misma manera que en el Ejemplo 5 y además se comunicó a la misma un
30



rizado mecánico. En este ejemplo, sin embargo, se mostró más apreciablemente el efecto del método del presente invento que en el caso del ejemplo 5.

5 En efecto, cuando los filamentos sometidos al acondicionamiento térmico o calentamiento, sin emplear una máquina de secado del tipo de rodillo caliente, fueron puestos en orden tal como estaban, y fueron sometidos a tratamiento con vapor de agua con una cámara de vapor de agua y se les comunicó un rizado mecánico, se obtuvieron filamentos en los que los rizos pierden la forma en un corto período de tiempo y desaparecen, y que tienen muchas perturbaciones en las operaciones subsiguientes, tales como hilatura de fibras y otras. Por el contrario, cuando se realizó una operación de tratamiento en la que se empleó una máquina de secado del tipo de rodillo caliente de acuerdo con el método del presente invento, no hubo ninguna de tales perturbaciones.

10

15

Ejemplo 7.-

20 Se produjeron los siguientes polímeros utilizando ácido hidroxinitrito monosulfónico y sulfito ácido de sodio como iniciadores de polimerización.

336678

20-3-67.

Polímero nº	Desigualdades que han de ser satisfechas	Acrilonitrilo (%)	Acrilamida (%)	Acrilato de metilo (%)	Metacrilato de sulfoetilo (%)
5	(1)(2)(10) (11)(12)	91,5	0	8,0	0,5
6	(2)(3)(7) (8)(9)	89,95	6,9	2,7	0,45

Nota: Se cumplen las desigualdades respectivas (13) (14), (14)' y (15), entre los polímeros respectivos números 5 y 6.



336678



5
10
forme en la sección transversal, mediante un procedi-
miento de hilatura en húmedo utilizando un disolvente
inorgánico, caracterizado por hacer pasar los fila-
mentos, una vez secados, a través de agua caliente
en un estado en el que no se aplica a los mismos ni
relajación ni tensión sustanciales, llevar a cabo
después el secado, calentar o acondicionar térmica-
mente y después tratar con vapor de agua en una cámara
de vapor de agua, secar subsiguientemente la estopa
resultante al mismo tiempo que se aplica una tensión
tal que no pueda causar el desorden de la estopa, co-
meter si es necesario a tratamiento térmico, y comuni-
car a la estopa un rizado mecánico, y si es necesario
someter además a cortado.

15
20
25
3.- Un método para producir estopa ri-
zada o fibras cortadas en un procedimiento para pro-
ducir fibras compuestas en el que dos clases de po-
límeros de acrilonitrilo son conjugadas de manera
no uniforme en la sección transversal mediante un
procedimiento de hilatura en húmedo con utilización
de un disolvente inorgánico, caracterizado por uti-
lizar las dos clases de polímeros A y B en las que
se puedan cumplir las desigualdades simultáneas
siguientes

336678



como componente A

$$0,55 \cot (1,57 x) - t + 6,6 < 0 \quad (9)$$

$$700 x + t - 423 < 0 \quad (2)$$

$$0,83 x + t - 11,5 < 0 \quad (3)$$

$$5 \quad t - z \geq 0 \quad (7)$$

$$t - z \leq e - \left\{ 4 - \frac{t + z}{4} \right\}^2 < 0 \quad (8)$$

como componente B

$$10 \quad 0,55 \cot (1,57 x) - t + 5,6 < 0 \quad (1)$$

$$700 x + t - 423 < 0 \quad (2)$$

$$0,83 x + t - 10,5 < 0 \quad (10)$$

$$t - z > 0 \quad (11)$$

$$15 \quad t - z \leq e - \left\{ 4 - \frac{t + z}{4} \right\}^2 > 0 \quad (12)$$

y además se puedan cumplir simultáneamente las siguientes desigualdades.

$$20 \quad \begin{array}{l} x_A - x_B \leq 0 \quad z_B \geq 0 \\ z_A - z_B > 6 \\ t_A - t_B > 10 \end{array}$$

25 en que \underline{x} es el porcentaje en peso de ácido metálico sulfónico o éster acrílico o éster metacrílico de un sulfoalcohol, contenido en los polímeros; \underline{t} es el porcentaje en peso de la cantidad total de éster acrílico o éster metacrílico y acrilamida o metacrilamida contenido en los polímeros; \underline{z} es el porcentaje en peso de acrilamida o metacrilamida contenida en los polímeros; el símbolo terminal A de x_A , t_A y z_A sig-



nifica que dichos valores respectivos corresponden a los del componente A, y el símbolo terminal B de xB, tB y zB significa que dichos valores respectivos corresponden a los del componente B; y las porciones restantes respectivas de los componentes A y B son de acrilonitrilo, hacer pasar los filamentos extruídos, una vez secados, a través de agua caliente en un estado en el que no se aplica a los mismos ni relajación ni tensión sustanciales, llevar a cabo después el secado, acondicionar térmicamente o calentar y someter después a tratamiento con vapor de agua en una cámara de vapor de agua, después secar mientras se aplica una tensión tal que no pueda causar un desorden de la estopa, someter después, si es necesario a tratamiento térmico, y comunicar a la estopa un rizado mecánico, y si es necesario someter además a cortado.

4.- Un método para producir estopa rizada o fibras cortadas en un procedimiento para producir fibras compuestas en el que dos clases de polímeros de acrilonitrilo son conjugadas de manera no uniforme en la sección transversal mediante un procedimiento de hilatura en húmedo con utilización de un disolvente inorgánico, caracterizado por utilizar dos clases de polímeros A y B en los que se puedan cumplir las siguientes desigualdades simultáneas.

336678



como componente A

$$0,55 \cot (1,57 x) - t + 5,6 < 0 \quad (1)$$

$$700 x + t - 423 < 0 \quad (2)$$

$$0,83 x + t - 11,5 < 0 \quad (3)$$

5 como componente B

$$0,55 \cot (1,57 x) - y + 5,6 > 0 \quad (4)$$

$$700 x + y - 423 > 0 \quad (5)$$

$$1,57 e^x - y - 0,35 < 0 \quad (6)$$

10 en que x es el porcentaje en peso de ácido metálico-sulfónico o éster (de ácido acrílico o de ácido metacrílico) del sulfalcohol, contenido en los polímeros; y es el porcentaje en peso de éster (de ácido acrílico o ácido metacrílico) contenido en los polímeros; t es el porcentaje en peso de la cantidad total de éster acrílico o éster metacrílico, y acrilamida o metacrilamida, contenida en los polímeros; cuando z es definida como el porcentaje en peso de acrilamida o metacrilamida contenida en el componente A, indica

15 que existen entre t y z las siguientes relaciones:

20

$$t - z \geq 0 \quad (7)$$

$$t - z - 5e^{-\left\{4 - \frac{(t+z)}{4}\right\}^2} < 0 \quad (8)$$

25 y las porciones restantes respectivas de los componentes A y B son acrilonitrilo, hace pasar los filamentos extruídos, una vez secados, a través de agua caliente en un estado en el que no se aplica a los mismos ni relajación ni tensión sustanciales, llevar a cabo después un tratamiento con aceite, secar, acondicionar



5 termicamente o calentar y someter a tratamiento con va-
 por de agua en una cámara de vapor de agua, secar su-
 cesivamente los filamentos resultantes mientras se
 aplica una tensión tal que no pueda causar un desor-
 den de la estopa, someter después a la estopa a tra-
 tamiento con vapor de agua en la cámara de vapor de
 agua, y comunicar a la estopa un rizado mecánico, y
 si es necesario someter además a cortado.

10 5.- Un método para producir fibras artificiales.
 Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
 cede, representado en el dibujo que se acompaña y con
 los fines que se han especificado.

15 Esta Memoria consta de cincuenta y dos hojas
 escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 30 MAR 1964
 P.A.
[Handwritten signature]

336678

30



336678

FIG. 1

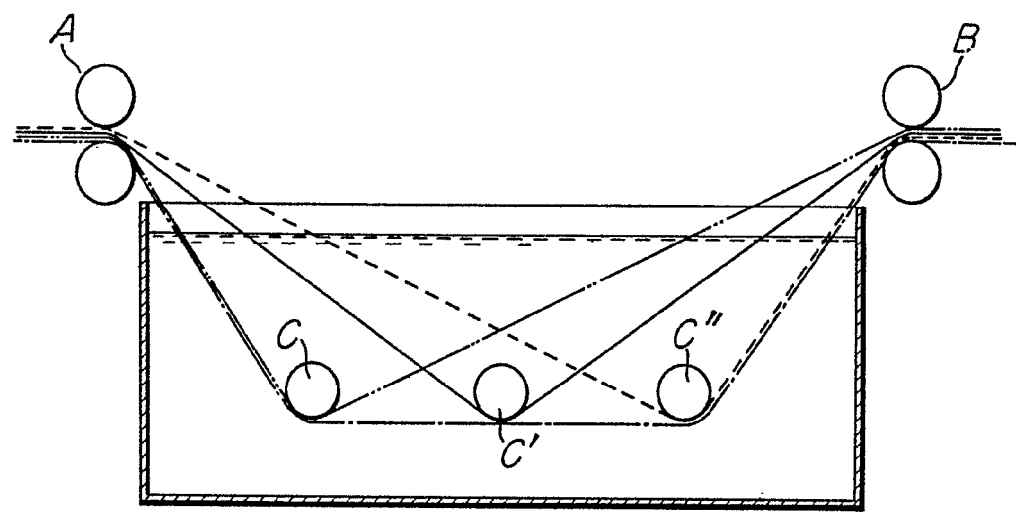
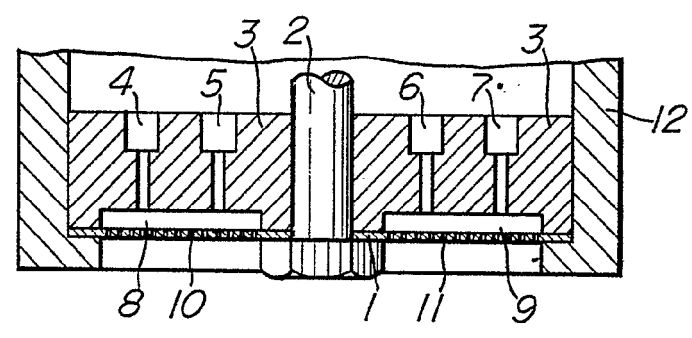


FIG. 2



Arthur