

PATENTE DE INVENCION

=====
Your Case Nº 22.164.

20 JUN 1961

344498

344498
Memoria Descriptiva



sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FIBRAS
SINTETICAS ACRILICAS".

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 procedimiento para preparar fibras dotadas de excelentes propiedades, a partir de un homopolímero de acrilonitrilo o de un copolímero de acrilonitrilo y

5. más particularmente con un procedimiento para preparar

344498⁻²⁻

26 AGO.



- fibras sintéticas acrílicas dotadas de excelentes propiedades, caracterizado porque comprende la relajación con agua caliente, a 60-100°C, o con vapor de agua, de tales fibras gelificadas y dilatadas,
5. de un contenido en agua no inferior al 40% del peso en seco de las fibras (cuyo contenido se conocerá más adelante por contenido en agua), tal como se obtienen por disolución de un homopolímero o copolímero de acrilonitrilo que contenga, por lo menos, un 91% en peso
10. de acrilonitrilo en una solución acuosa concentrada de un tiocianato; el hilado de dicha solución polímera en un baño coagulante acuoso y el lavado con agua y estirado de las fibras hiladas, con ulterior secado de las mismas en aire caliente y acondicionado en cuanto a humedad, de manera que las fibras hiladas se consoliden.
15. Se conoce ya un procedimiento de mejora del alargamiento, resistencia a los nudos y otras propiedades de las fibras, mediante contracción de fibras sintéticas acrílicas por secado consolidador de las mismas en aire caliente y acondicionado en cuanto a
20. humedad o mediante calentamiento de ellas. A fin de obtener fibras sintéticas acrílicas mediante hilado en húmedo, es habitual hilarlas, lavarlas con agua, estirarlas y secarlas sucesivamente y luego relajarlas. En tal procedimiento, si se calientan directamente fibras gelificadas y dilatadas, obtenidas después de estirarse y orientarse, para su relajamiento, serán desvitrificadas, siendo posible, por consiguiente,
25. calentarlas y relajarlas sólo después de que han sido
- 30.

344498



secadas en grado tal, que queden ^{26.100.1957} sustanciales y prácticamente secas de manera perfecta.

- Sin embargo, en general, en las fibras sintéticas acrílicas, con el incremento del contenido en acrilonitrilo, ascenderá la temperatura de transición vítrea y por consiguiente se suprimirá en cierto grado el movimiento térmico de las moléculas de las fibras. Como resultado de ello, en el caso en que el contenido en acrilonitrilo en dichas fibras sea elevado, las fibras hiladas, lavadas con agua, estiradas y luego secadas reducirán tanto la contracción en el tratamiento de calentamiento y relajamiento que será difícil obtener un efecto relajador suficiente. Por ejemplo, como se muestra en la figura 3, en la cual se ha representado en abscisas el contenido en acrilonitrilo en % en fibras producidas por un método convencional y en ordenadas la contracción del procedimiento en %, la contracción total en los tratamientos de secado y calentamiento y relajamiento, o la denominada contracción del procedimiento, se reducirá tan notablemente que no se obtendrá ninguna resistencia satisfactoria a los nudos o alargamiento. Además, en el caso en que se eleve la temperatura del tratamiento de calentamiento y relajamiento para rectificar estos defectos, se reducirá de tal manera la blancura de las fibras y aumentará de tal modo el nivel de teñido que se producirá un teñido desigual o efecto análogo en la operación de teñido, siendo difícil obtener fibras de la calidad requerida en la práctica.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Por consiguiente, el primer objeto de la

344498



5. presente invención es el de obtener fibras sintéticas acrílicas mediante una buena relajación y consolidación mediante un procedimiento de hilado en húmedo de un homopolímero o copolímero de acrilonitrilo que contenga, por lo menos, un 91% en peso de acrilonitrilo.

10. El segundo objeto de la presente invención es obtener fibras sintéticas acrílicas de elevada blancura efectuando el tratamiento de relajamiento a una temperatura comparativamente baja.

El tercer objeto de la invención es obtener fibras sintéticas acrílicas de propiedades físicas favorables.

15. El cuarto objeto de la invención es obtener fibras sintéticas acrílicas de ritmo de teñido comparativamente bajo y de gran uniformidad en cuanto a capacidad de teñido.

20. Los demás objetos resultarán evidentes mediante la explicación del procedimiento de la presente invención descrito a continuación.

25. Como resultado de intensas investigaciones realizadas por los presentes inventores, ha quedado de manifiesto que los objetos anteriormente mencionados pueden conseguirse mediante relajación, en un estado no tenso y en agua caliente a 60-100°C o vapor de agua, de fibras gelificadas y dilatadas con un contenido en agua no inferior al 40%, tal como se obtienen por disolución de un homopolímero o copolímero de acrilonitrilo que contenga por lo menos un 91% en peso de acrilonitrilo en una solución acuosa concentrada de
- 30.

344498



- un tiocianato, hilado de dicha solución polímera en un baño coagulante acuoso a baja temperatura y lavado con agua y estirado por calor de las fibras hiladas, con ulterior secado de las mismas en aire caliente y
5. de humedad acondicionada, de manera que se consoliden. Es decir, teniendo en cuenta que en el hilado en húmedo de fibras sintéticas acrílicas, el homopolímero o copolímero de acrilonitrilo pasará a ser el producto fibroso final a través del estado de fibras gelificadas y dilatadas, los presentes inventores han
10. descubierto que cuando el tratamiento de relajamiento por calor húmedo se lleva a cabo en este estado de fibras gelificadas y dilatadas, en el caso en que se use un homopolímero o copolímero de acrilonitrilo que contenga, por lo menos, un 91% de acrilonitrilo, es posible proporcionar una contracción suficiente a las fibras a una temperatura comparativamente baja, de 60 a 100°C, sin desvitrificarlas. Se supone que tal fenómeno se causa por los hechos de que las fibras gelificadas y dilatadas son plastificadas por una gran cantidad del agente dilatador o agua y la
15. considerable reducción de la temperatura de transición vítrea aparente. Cuando dichas fibras relajadas son ulteriormente secadas en aire caliente que satisfaga las condiciones controladas de humedad que se muestran en la figura 1, en la cual en abscisas se ha representado la temperatura de termómetro húmedo en °C y en ordenadas la temperatura de termómetro seco en °C, pueden obtenerse fibras consolidadas. Cuando se
20. realiza tal tratamiento, como se muestra en la figura
- 25.
- 30.

344498



- 2, en la cual en abscisas se ha representado el contenido en acrilonitrilo en % en fibras producidas por el procedimiento de la presente invención y en ordenadas la contracción del procedimiento, en %, de acuerdo con el procedimiento de la presente invención, la contracción del procedimiento de las fibras será mayor que el obtenido por el procedimiento convencional mostrado en la figura 3. De conformidad con el procedimiento citado, en el caso en que el contenido en acrilonitrilo sea superior al 91% en peso aproximadamente, la contracción del procedimiento aumentará notablemente y se logrará un elevado efecto relajador no obtenible con el procedimiento convencional.

- 5.
- 10.
15. Seguidamente se explicará con detalle el procedimiento de la presente invención.

A. POLIMEROS A UTILIZAR.

20. Son homopolímeros y copolímeros de acrilonitrilo que contienen, por lo menos, un 91% en peso de acrilonitrilo y, por lo menos, un compuesto monómero copolimerizable con acrilonitrilo, como el otro constituyente. Estos polímeros y copolímeros pueden obtenerse por cualquier procedimiento de polimerización y pueden ser polímeros mezclados de dos o más de ellos. En nuestra invención, los compuestos monómeros copolimerizables con acrilonitrilo incluyen al
25. acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de octilo, acrilato de metoxietilo, acrilato de fenilo, acrilato de ciclohexilo y acrilato de dimetilaminoetilo, los correspondientes metacrilatos, acrilamidas y metacrilamidas y sus productos
- 30.

344498



- alquil-sustituídos y nitrógeno-sustituídos; ácidos carboxílicos insaturados, tales como ácido acrílico, ácido metacrílico y ácido itacónico; cetonas insaturadas, tales como metilvinil cetona, fenilvinil cetona y metilisopropenil cetona; carboxilatos vinílicos, tales como formato vinílico, acetato vinílico, propionato vinílico, butirato vinílico, tiolactato vinílico y benzoato vinílico; ésteres de ácidos carboxílicos alfa-beta etilénicamente insaturados, tales como maleatos, fumaratos, citraconatos, mesaconatos y aniconatos; N-alquilmaleinimida; N-vinil carbazol; N-vinil succinimida; N-vinil ftalimida; vinil éter; N-metilolacrilamida; vinil piridinas, tales como 2-vinil piridina, 4-vinil piridina y 2-metil-5-vinil piridina; estireno y sus productos alquil sustituídos; alcohol alílico; cloruro de vinilo; cloruro de vinilideno y cianuro de vinilideno; ácidos sulfónicos orgánicos insaturados, tal como ácido alilsulfónico, ácido metalilsulfónico, ácido aliloxietilsulfónico, ácido metaliloxietilsulfónico, ácido aliltioetilsulfónico, ácido aliltiopropansulfónico, ácido isopropenilbencenosulfónico, ácido vinilbromobencenosulfónico, ácido vinilfluorbencenosulfónico, ácido vinilmetilbencenosulfónico, ácido estirenosulfónico y ácido metilestirenosulfónico y sus sales solubles en agua.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

B. DISOLVENTES A EMPLEAR.

- Se usa una solución acuosa que tenga una solución acuosa concentrada de un tiocianato como composición principal y que contenga ordinariamente del 42 al 55% en peso del tiocianato.
- 30.

344498

Los tiocianatos a usar en la presente invención son tiocianatos de metales alcalinos, tales como tiocianato lítico, tiocianato sódico y tiocianato potásico, y tiocianato amónico. Pueden emplearse solos o en mezcla. Además, pueden añadirse tiocianatos de metales alcalinotérreos, tales como, por ejemplo, tiocianato cálcico y tiocianato bórico.

5.

C. CONDICIONES DE PREPARACION DE LA SOLUCION HILABLE.

La concentración de la solución hilable preparada por disolución del polímero anteriormente descrito en una solución acuosa concentrada de un tiocianato depende del peso molecular del polímero a usar, pero generalmente es adecuada la del 8 al 15% en peso del polímero. La solución hilable puede obtenerse directamente mediante polimerización en solución. Las condiciones requeridas en tal caso son también exactamente iguales a las anteriormente descritas. La solución hilable es desaireada y filtrada por procedimientos ordinarios, transportándose luego a la hilera.

10.

15.

20.

D. CONDICIONES DEL HILADO, LAVADO CON AGUA Y BAÑO DE ESTIRADO.

25.

30.

La solución hilable anteriormente mencionada se hila en un baño coagulante a una baja temperatura de -5 a 20°C, consistente en agua o una solución acuosa diluida de un tiocianato. Las fibras de gel dilatado que salen del baño coagulante son luego bien lavadas con agua en un baño. Mediante este lavado con agua, se eliminan el tiocianato restante e impurezas. Luego se estiran las fibras en agua caliente

344498



- por encima de 80°C, de manera que queden en estado bien orientado para mejorar las propiedades de aquéllas a niveles prácticos de resistencia y alargamiento. Tal estirado por calor es posible efectuarlo en una sola etapa. Sin embargo, también es posible estirar por calor las fibras después de estirarlas algo a la temperatura normal en un baño de lavado con agua aprovechando la capacidad de estirado en frío de las fibras no estiradas, o estirarlas en etapas múltiples dividiendo el estirado térmico en varias etapas. También es posible estirarlas mediante calentamiento por vapor de agua.

5.

10.

E. TRATAMIENTO DE RELAJAMIENTO POR CALOR HUMEDO.

- La presente invención se caracteriza por la relajación de fibras de gel dilatado estiradas y orientadas, obtenidas del polímero anteriormente descrito, calentándolas con agua caliente o vapor de agua en estado no tenso, de manera que puedan incrementarse el alargamiento y la resistencia a los nudos, puedan homogeneizarse las fibras y pueda proporcionarse un elevado nivel de capacidad de teñido.

15.

20.

- Las fibras de gel dilatado, estiradas y orientadas, a relajar con calor húmedo, no deberán estar nunca secas y deberán poseer un contenido en agua del 40% por lo menos.

25.

- Si el contenido en agua de las fibras de gel dilatado, estiradas y orientadas, es inferior al 40%, disminuirá la plastificación con agua, aumentará la temperatura aparente de transición vítrea, no se obtendrá plenamente el efecto del tratamiento de

30.



344498

relajamiento por calor húmedo, las fibras no serán perfectamente consolidadas por el subsiguiente tratamiento de secado consolidador y finalmente se obtendrán fibras desvitrificadas.

5. La atmósfera en que ha de efectuarse el tratamiento de relajamiento por calor húmedo es de agua caliente o de vapor de agua. La temperatura es del orden de 60 a 100°C. A fin de obtener plenamente el efecto del tratamiento de relajamiento por calor húmedo, es suficiente llevar a cabo tal tratamiento durante 5 a 15 minutos aproximadamente.

10. En el caso en que la temperatura de tratamiento sea inferior a 60°C, las fibras no podrán ser suficientemente relajadas y por consiguiente no podrán obtenerse fibras de elevada resistencia a los nudos y de gran alargamiento.

15. Además, cuando la temperatura de tratamiento excede de 100°C, las fibras de gel dilatado toman color y las fibras finalmente obtenidas serán amarillas. Por consiguiente, no es deseable tal cosa. Asimismo, el ritmo de teñido depende de la temperatura de relajamiento por calor húmedo. Por consiguiente, si la temperatura de tal relajamiento es demasiado elevada, aumentará notablemente el ritmo de teñido y resultará difícil un teñido uniforme. Por tanto, ésto no es deseable.

20. F. TRATAMIENTO DE SECADO CONSOLIDADOR.

25. Las fibras de gel dilatado relajadas por calor húmedo son secadas para su consolidación bajo condiciones específicas, de manera que pueda proporcionarse
- 30.

- 11 -
344498



- a las mismas las características requeridas para las fibras textiles. Es decir, cuando se secan las fibras bajo condiciones controladas de humedad enmarcadas por la línea H-I-J-K mostrada en la figura 1, resultarán perfectamente consolidadas y se secarán. En el caso en que sean secadas fuera de los valores específicos controlados de humedad, anteriormente señalados, las citadas fibras de gel dilatado, relajadas por calor húmedo, no podrán consolidarse y no se conseguirán los objetos de la presente invención.
- 5.
- 10.

- En la presente invención, las fibras de gel dilatado, de un contenido en agua no inferior al 40%, significan fibras no sustancialmente secas. Cuando tales fibras son inmediatamente relajadas por calor húmedo, será ventajoso en el sentido de poderse omitir una etapa de secado, frente a la práctica del método convencional.
- 15.

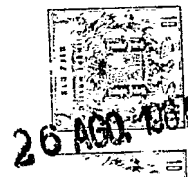
- Para facilitar la comprensión de la invención, se ofrecerán ejemplos de la misma a continuación. En tales ejemplos, salvo indicación en contrario, los porcentajes y partes son en peso.
- 20.

- La blancura de las fibras mencionadas en estos ejemplos fue calculada disponiendo aquéllas en la misma dirección, determinando sus niveles de reflexión de luz de longitudes de onda de 453, 553 y 595 milimicras, sobre la base de una placa de óxido magnésico, con un espectrofotómetro y usando la siguiente fórmula:
- 25.

$$\text{Blancura de las fibras} = \frac{R_{595} - R_{453}}{R_{553}} \times 100$$

30.

344498⁻¹²⁻



Cuanto menor sea el valor, mayor será la blancura de las fibras.

- El ritmo de teñido de las fibras se obtuvo teñiendo éstas bajo las condiciones de un tinta de
5. Sumiacryl Orange 3R (producido por Sumitomo Chemical Co., Ltd.) en una proporción del 4% sobre el peso de las fibras, un 3% de ácido acético por peso de las fibras, una relación de baño de 1/100, una temperatura del baño de teñido de 90°C y un tiempo de teñido
10. de 60 minutos y midiendo el ritmo de agotamiento del tinte. Cuando mayor sea el valor, más elevado será el ritmo de teñido.

EJEMPLO 1 -

15. Se disolvió en una solución acuosa de tiocianato sódico al 46% un copolímero (de η) = 1,4, medido con una solución de dimetilformamida a 30°C), consistente en un 91% de acrilonitrilo y un 9% de acrilato metílico, para preparar una solución hilable de una concentración en copolímero del 11%. Esta solución
20. hilable fue hilada en un baño consistente en una solución acuosa de un 12% de tiocianato sódico a -3°C, a través de una hilera dotada de 50 orificios de un diámetro de 0,09 mm, a fin de formar filamentos. Estos fueron lavados luego bien con agua pasándose a
25. través de un baño de lavado de dicho líquido, se estiraron a una longitud 2,5 veces mayor en dicho baño de lavado de agua, se estiraron luego a 4 veces su tamaño en agua/a unos 100°C e inmediatamente fueron relajados con calor húmedo durante 15 minutos en un
30. estado no tenso, bajo las condiciones mostradas en la

344498



20 AGO 1961

- Tabla 1. Las fibras de gel dilatado así relajadas por calor húmedo fueron luego secadas para consolidarlas en una atmósfera llevada a una temperatura de termómetro seco de 110°C y a una temperatura de termómetro húmedo de 75°C . Las propiedades de las fibras obtenidas se indican en la Tabla 1. Por otra parte, las propiedades de las fibras producidas por un método convencional ordinariamente usado, es decir, fibras obtenidas por un secado consolidador de
5. fibras de gel dilatado hiladas, lavadas con agua y
10. estiradas de igual manera a como se indica anteriormente, bajo las condiciones de una temperatura de termómetro seco de 110°C y a una temperatura de termómetro húmedo de 75°C y luego relajadas por calor húmedo en un estado no tenso, se muestran en la Tabla 2.
- 15.

344498

-14-

- 14 - Bis



26 AÑO. 1961

344498

Blancura de las fibras
Ritmo de teñido
Desvitriificación de las fibras

TABLA 1.

Nº	Condiciones de relajamiento por calor húmedo (°C)	Condiciones de secado consolidador		Contracción del procedimiento (%)	Denier (d)	Resistencia (g/d)	Alargamiento (%)	Resistencia a los nudos (g/d)	Alargamiento de los nudos (%)	Blancura de las fibras	Ritmo de teñido	Desvitriificación de las fibras
	(°C)	Temperatura de tura de termómetro seco (°C)	Temperatura de tura de termómetro húmedo (°C)									
1	60 Agua caliente	110	75	20,3	2,45	4,32	25,0	2,10	13,1	1,1	8,9	No desvitri- ficadas
2	70 Agua caliente	"	"	24,5	2,59	4,11	32,0	2,80	20,8	1,1	8,9	"
3	80 Agua caliente	"	"	26,8	2,80	4,16	33,3	2,92	25,7	1,1	9,0	"
4	90 Agua caliente	"	"	28,9	3,03	3,81	40,3	3,16	35,8	1,1	10,0	"
5	100 Agua caliente	"	"	31,2	3,12	3,42	45,6	2,98	38,4	1,2	14,0	"
6	105 Vapor de agua saturado	"	"	34,0	3,15	3,40	49,3	2,89	39,8	1,9	15,0	"
7	105 Vapor de agua saturado	"	60	32,0	3,13	3,20	46,0	2,78	38,9	1,4	16,0	Desvitri- ficadas
8	115 Vapor de agua saturado	"	75	38,2	3,21	3,08	51,4	2,84	40,6	2,5	26,4	No desvitri- ficadas

POOR QUALITY

-14-

344498

TABLA 1.

Nº	Condiciones de relajamiento por calor húmedo	Condiciones de secado consolidador		Contracción del procedimiento (%)	Denier (d)
	(°C)	Temperatura de termómetro seco (°C)	Temperatura de termómetro húmedo (°C)		
1	60 Agua caliente	110	75	20,3	2,45
2	70 Agua caliente	"	"	24,5	2,59
3	80 Agua caliente	"	"	26,8	2,80
4	90 Agua caliente	"	"	28,9	3,03
5	100 Agua caliente	"	"	31,2	3,12
6	105 Vapor de agua saturado	"	"	34,0	3,15
7	105 Vapor de agua saturado	"	60	32,0	3,13
8	115 Vapor de agua saturado	"	75	38,2	3,21

POOR QUALITY



26 AGO. 1961

344498

TABLA 1.

Denier (d)	Resistencia (g/d)	Alargamiento (%)	Resistencia a los nudos (g/d)	Alargamiento de los nudos (%)	Blancura de las fibras (%)	Ritmo de tejido (%)	Desvitricación de las fibras
2,45	4,32	25,0	2,10	13,1	1,1	8,9	No desvitricadas
2,59	4,11	32,0	2,80	20,8	1,1	8,9	"
2,80	4,16	33,3	2,92	25,7	1,1	9,0	"
3,03	3,81	40,3	3,16	35,8	1,1	10,0	"
3,12	3,42	45,6	2,98	38,4	1,2	14,0	"
3,15	3,40	49,3	2,89	39,8	1,9	15,0	"
3,13	3,20	46,0	2,78	38,9	1,4	16,0	Desvitricadas
3,21	3,08	51,4	2,84	40,6	2,5	26,4	No desvitricadas

**POOR
QUALITY**

26 AGO. 1951

TABLA 2

344498

Nº	Condiciones del secado consolidador		Condiciones de relajamiento por calor húmedo (°C.)	Contracción del procedimiento (%)	Denier (d)	Resistencia (g/d)	Alargamiento (%)	Resistencia a los nudos (g/d)	Alargamiento a los nudos (%)
	Temperatura de termómetro seco (°C.)	Temperatura de termómetro húmedo (°C.)							
9	110	75	80 Agua caliente	18,8	2,49	4,50	29,8	1,62	11,1
10	110	75	105 Vapor de agua saturado	20,6	2,52	4,31	32,6	2,24	19,0

Como se muestra en las Tablas 1 y 2, de acuerdo con el procedimiento de la presente invención, aún cuando se adoptase una temperatura comparativamente inferior a la del procedimiento convencional para la relajación por calor húmedo, podrían obtenerse fibras dotadas de resistencia suficiente a los nudos y alargamiento suficiente. Además, como se muestra en los números 6 y 8, en el caso de que la temperatura de relajamiento fuese elevada, la blancura de las fibras se reduciría y aumentaría el ritmo de teñido. Por consiguiente, ello no es deseable. Además, como se muestra en el número 7, cuando las condiciones de secado consolidador quedan fuera de los valores de la Tabla 1, las fibras no pueden consolidarse.

EJEMPLO 2 -

344498

26 AGO. 1951

- Se hiló un solo polímero de acrilonitrilo (de η) = 2,1, medido con una solución de dimetil formamida a 30°C), bajo las mismas condiciones del ejemplo 1. Los filamentos obtenidos fueron estirados a 2,5 veces su tamaño en un baño de lavado de agua, estirándose luego a 4 veces su longitud en agua hirviendo a 100°C aproximadamente, relajándose inmediatamente por calor húmedo durante 5 minutos en un estado no tenso, bajo las condiciones mostradas en la Tabla 3, y secándose luego para consolidarse en una atmósfera a una temperatura de termómetro seco de 110°C y a una temperatura de termómetro húmedo de 80°C. Los valores característicos de las fibras obtenidas se indican en la Tabla 3.
- 5.
 - 10.
 - 15.

TABLA 3.

Condiciones de relajamiento por calor húmedo (°C.)	Contracción del procedimiento (%)	Denier (d)	Resistencia (G/d)	Alargamiento (%)	Resistencia a los nudos (g/d)	Alargamiento de los nudos (%)
80 Agua caliente	28,8	2,91	4,97	35,5	3,90	30,7
90 Agua caliente	29,3	3,01	4,84	38,7	3,82	31,8
100 Agua caliente	31,6	3,19	4,82	42,6	3,75	33,2
105 Vapor de agua saturado	33,1	3,20	4,41	45,2	3,70	34,4
115 Vapor de agua saturado	34,8	3,24	4,21	42,3	3,55	35,0

34449826



EJEMPLO 3 -

- Se hiló cada uno de los copolímeros de acrilonitrilo (de $\lambda = 1,8$, medido con una solución de dimetil formamida a 30°C), que contenían
5. acrilonitrilo y acrilato metílico, a unos ritmos tales como los mostrados en la Tabla 4, lavándose con agua y estirándose los filamentos obtenidos por el mismo procedimiento del ejemplo 1. Los filamentos fueron inmediatamente relajados por calor húmedo durante
 10. 5 minutos en estado no tenso. Las fibras de gel dilatado relajadas fueron luego secadas para consolidarse en una atmósfera de una temperatura de termómetro seco de 110°C y una temperatura de termómetro húmedo de 75°C. Las propiedades de las fibras obtenidas se
 15. muestran en la Tabla 4. Por otra parte, las propiedades de fibras producidas por un procedimiento convencional, ordinariamente usado, es decir, fibras hiladas, lavadas con agua, estiradas y orientadas de igual manera a como se indica anteriormente, secándose luego
 20. una vez para su consolidación en una atmósfera de una temperatura de termómetro seco de 110°C y de una temperatura de termómetro húmedo de 75°C, relajándose luego por calor húmedo en un estado no tenso, se muestran en la Tabla 5.

-18-
344498



TABLA 4.

Composición Polímera		Condiciones de relajamiento por calor húmedo (°C)	Contracción del procedimiento (%)	Denier (d)	Resistencia (g/d)	Alarga miento (%)	Resistencia a los nudos (g/d)	Alarga miento de los nudos (%)
Acrilo nitrilo (%)	Acrila to metílico (%)							
100	0	90 Agua caliente	32,2	3,01	4,34	45,0	3,32	35,8
98	2	90 Agua caliente	33,6	3,44	4,13	48,1	3,21	37,1
96	4	100 Agua caliente	33,7	3,49	4,48	50,1	3,28	35,8
94	6	100 Agua caliente	28,4	3,28	4,53	39,4	3,61	31,5
92	8	100 Agua caliente	28,2	2,90	4,71	37,8	3,60	28,4

TABLA 5.

Composición Polímera		Condiciones de relajamiento por calor húmedo (°C.)	Contracción del procedimiento (%)	Denier (d)	Resistencia (g/d)	Alarga miento (%)	Resistencia a los nudos (g/d)	Alarga miento de los nudos (%)
Acrilo nitrilo (%)	Acrila to metílico (%)							
100	0	140 Vapor de agua saturado	27,2	3,62	2,89	28,7	1,55	12,9
98	2	140 Vapor de agua saturado	23,8	3,03	4,30	28,0	2,24	14,4
96	4	140 Vapor de agua saturado	23,0	3,30	4,52	32,6	2,56	17,5
94	6	140 Vapor de agua saturado	25,7	3,34	4,73	34,8	3,31	23,6
92	8	110 Vapor de agua saturado	21,8	2,86	5,02	30,6	2,88	16,6



- 19 -

344498 26 AGO

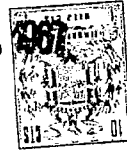
- De acuerdo con el procedimiento de la presente invención, adoptando una temperatura inferior a la del procedimiento convencional, ordinariamente usado, para la relajación por calor húmedo, se obtuvieron fibras de suficiente calidad. Específicamente, en el caso en que el contenido de acrilonitrilo era elevado, se obtuvieron fibras de propiedades nunca obtenibles por el procedimiento convencional.
- 5.

- N O T A -

10. 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en el Japón, con fecha 27 de agosto de 1966, bajo el número SHO 41-56606, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FIBRAS SINTETICAS ACRILICAS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.
- 20.
25. 1ª.- Procedimiento para la preparación de fibras sintéticas acrílicas, caracterizado porque en una primera etapa, se disuelve un polímero de acrilonitrilo que contiene, por lo menos, un 91% en peso de acrilonitrilo, en una solución acuosa concentrada de un tiocianato; en una segunda etapa, dicha solución se
- 30.

- 20 26 AGO. 1967

344498



- hila en un baño coagulante acuoso, se lava con agua y las fibras hiladas se estiran; en una tercera etapa se relajan en un estado no tenso, en agua caliente a 60-100°C, las fibras de gel dilatado resultantes,
5. con un contenido en agua del 40% por lo menos, sin secarlas, y en una cuarta y última etapa se secan para consolidarlas, en una atmósfera bajo condiciones de humedad enmarcadas por la línea H-I-J-K representada en el gráfico de la figura 1.
10. 2ª.- Procedimiento para la preparación de fibras sintéticas acrílicas; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos que se acompañan.
- Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.
15. 26 AGO. 1967

Madrid,

AMERICAN CYANAMID COMPANY,

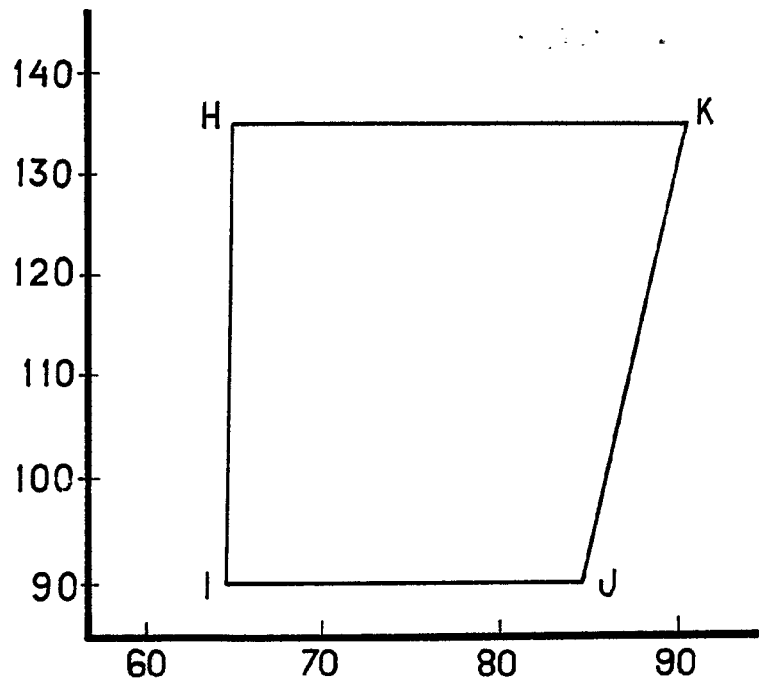
J. GOMEZ REBO Y MODET
P. M. FERRER Y GARCIA BRAVO

344490

344498



FIG. 1



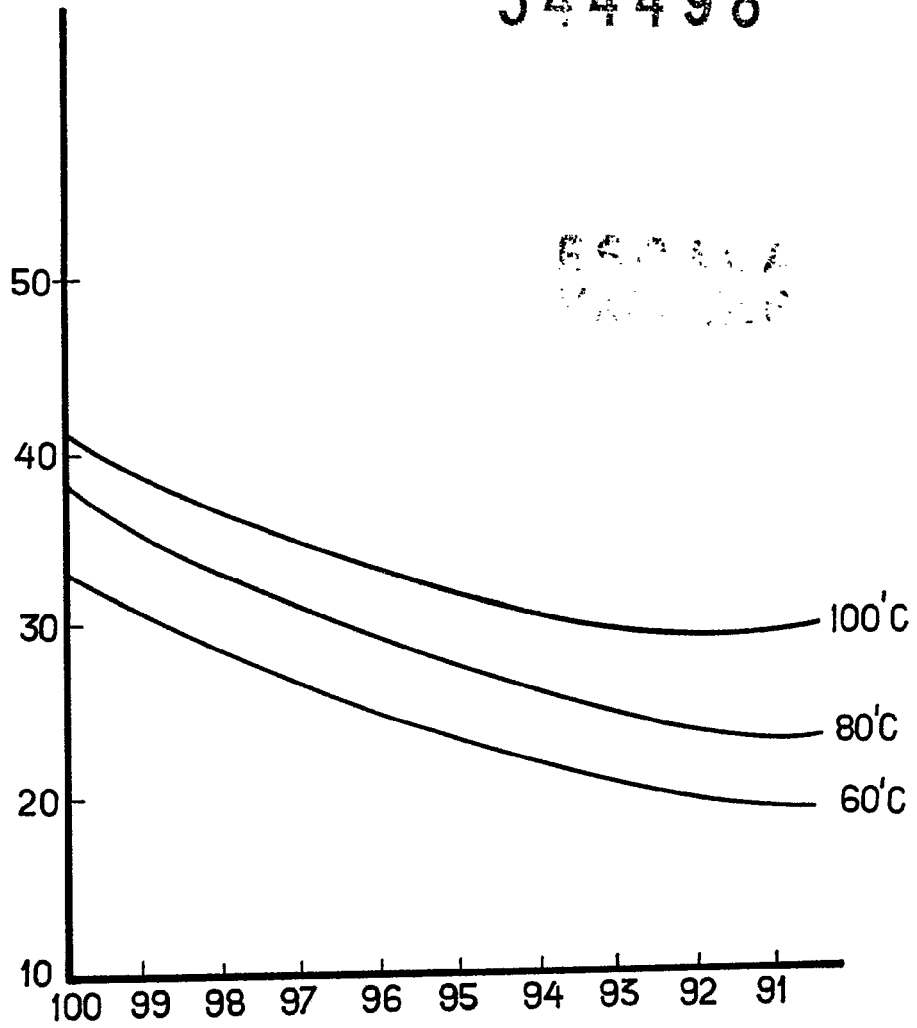
[Handwritten signature]



26 AGO 1957

344498

ESTADO DE MADRID
REGISTRO DE PATENTES

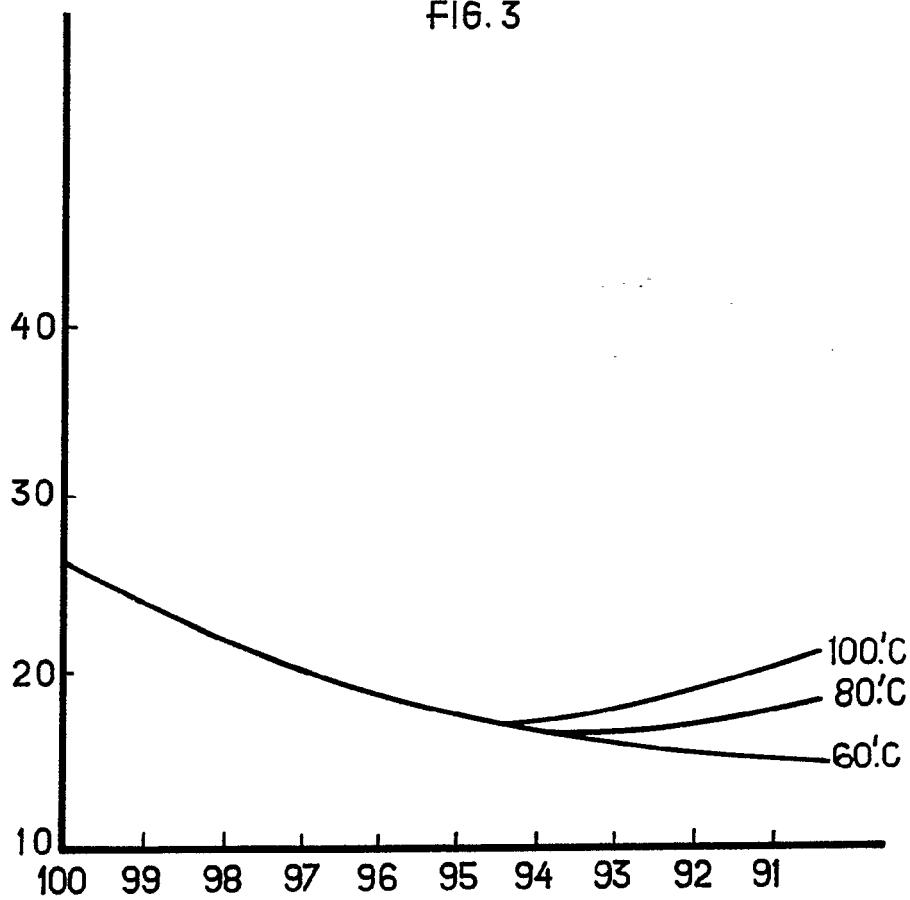


26 AGO 1957
Madrid
A. GARCIA
REGISTRO DE PATENTES

344498



FIG. 3



Madele 20. 10. 1967
[Handwritten signature]