

375685

P.- 43.688

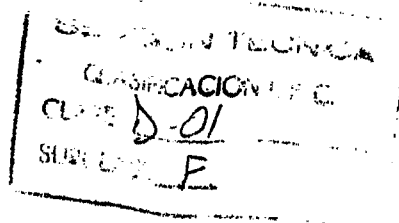
Case No F. 1667E

375685

20 ENE



Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de JAPAN EIZAI COMPANY LIMITED

entidad / ~~de~~ nacionalidad japonesa

con domicilio en 1-25, Dojima Hamadori 1-chome, Kita-ku, Osaka, Japón.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FILAMENTOS MEJORADOS EN SU AMARILLEZ Y BRILLO", (Clase Internacional D02j)



Esta invención se refiere a una fibra acrílica mejorada en su amarillez y brillo, y más particularmente a una fibra acrílica que contiene un monoéster de glicerina con un ácido graso superior, o un derivado de este monoéster, y mejorada en la amarillez y brillo. Esta invención se refiere también a una composición para producir estas fibras acrílicas mejoradas.

Una mejora en el grado de amarillez y brillo de una fibra acrílica significa una mejora en la blancura y el brillo de dicha fibra. Es importante mejorar estas propiedades para aumentar el grado de utilidad de las fibras de acrilonitrilo. Así pues, la mejora en la blancura y brillo de una fibra de acrilonitrilo es una condición esencial para dar a la fibra el color inherente de un colorante empleado para teñir dicha fibra. Además, cuanto más alta es la blancura y el brillo de dicha fibra, más brillante es el tono de la fibra teñida en un color claro, y más alto el grado de utilidad del producto teñido.

Hasta ahora han sido sugeridos varios métodos de tratamiento para aumentar la blancura y el brillo de las fibras de acrilonitrilo. Sin embargo, la mayoría de los métodos convencionales requieren tratamientos especiales y son difíciles de poner en práctica industrialmente. Además, la blancura y el brillo de las fibras tratadas no han sido completamente satisfactorios.

Un objeto principal de la presente invención es proporcionar una fibra de acrilonitrilo que tiene mejor característica en cuanto a su tonalidad.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar una fibra de acrilonitrilo altamente mejorada en

375685



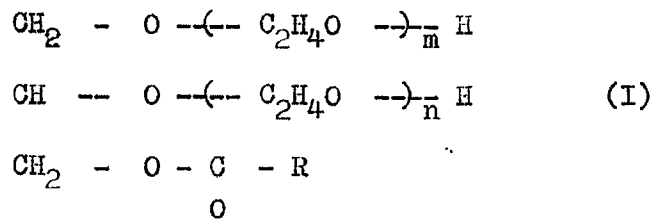
su amarillez y brillo, y excelente en las características de teñido.

Otro objeto más de esta invención es proporcionar una disolución homogénea que es capaz de ser transformada por hilado en fibras acrílicas que tienen mejorado su amarilleamiento y su brillo.

Otros objetos de esta invención se harán evidentes de la siguiente Memoria descriptiva.

Los objetos antes citados de esta invención son conseguidos proporcionando una disolución de hilado homogénea que comprende un polímero de acrilonitrilo, un disolvente inerte de dicho polímero, y desde 0'2 a 20% en peso (con respecto al peso de dicho polímero) de un monoglicérido o su derivado que tiene la fórmula general (I):

15



en la que R es un grupo de alcoholilo o de alquenilo que contiene de 10 a 22 átomos de carbono, y m y n son, cada uno de ellos, un número entero que satisface la fórmula $0 \leq m + n \leq 10$. La disolución de hilado puede ser extruída a través de orificios de una hilera para formar fibras de la manera convencional.

Cuando en una disolución de hilado hay presente de aproximadamente 1 a 15% en peso (con respecto al po

375685



límero) del compuesto representado por la fórmula (I) anterior general, a la fibra formada a partir de dicha disolución de hilado se le dan resultados óptimos en cuanto a un mejor amarilleamiento y brillo. El empleo de más de 20% en peso del compuesto (I) tiende a perjudicar otras propiedades de la fibra tales como su tenacidad, módulo de Young y tenacidad en estado húmedo.

Esta fibra de acrilonitrilo que contiene el compuesto representado por la fórmula general (I) de la presente invención es muy superior en amarillez y brillo a la fibra convencional de acrilonitrilo. Por tanto, incluso comparando la fibra de la presente invención y la fibra convencional a simple vista, se comprueba que la fibra de la presente invención es notablemente más brillante. Además, mientras que la fibra acrílica convencional es algo amarillenta, la fibra acrílica de la presente invención tiene una blancura de nieve. Por tanto, en el teñido de la fibra obtenida según la presente invención, puede ser impartido a la fibra el color inherente del colorante empleado, y puede obtenerse una tonalidad muy clara. Además, cuando la fibra de la presente invención es teñida en un color claro, se obtiene un producto teñido que tiene una tonalidad muy brillante.

Además, el compuesto representado por la fórmula general (I) tiene un efecto plastificante en la fibra acrílica. Por tanto es posible teñir prácticamente estas fibras que contienen dicho compuesto a una temperatura tan baja como de menos de 100°C, o particularmente a aproximadamente 80 a 90°C. Así pues, a causa del efecto plastificante del compuesto que tiene la fórmula

375685



general (I), se facilita la penetración por permeabilidad del colorante en la fibra de acrilonitrilo, y, por ello, incluso a baja temperatura, el colorante puede ser absorbido en la fibra en grado suficiente. Este teñido a baja temperatura es ventajoso para conservar un tacto deseado peculiar de las fibras de acrilonitrilo. Por otra parte, en el teñido convencional a ebullición, existe la desventaja de que ha de tenerse el mayor cuidado empleando una técnica especial para conservar dicho tacto. Así pues, la fibra de acrilonitrilo de la presente invención es mucho más fácil de teñir que la fibra convencional de acrilonitrilo.

Como compuestos representados por la fórmula general (I) pueden indicarse, por ejemplo, un monoéster de glicerina con ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico o ácido behénico, y sus aditivos con óxido de etileno; un monoéster de glicerina con ácido miristoleico, ácido palmitoleico, ácido petroselinico, ácido vaccénico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido elaidico, ácido ellostearico, ácido parinérico, ácido gadoleico, o ácido araquidónico, o sus aditivos con óxido de etileno.

Según la presente invención, extruyendo una disolución de hilado homogénea que contiene desde aproximadamente 5 a aproximadamente 35% en peso de un polímero de acrilonitrilo que consta principalmente de acrilonitrilo, un compuesto representado por la fórmula general (I) anterior en una proporción de 0'2 a 20% en peso con respecto al peso de dicho polímero, y un disolvente inerte de dicho polímero, puede producirse una fibra muy perfeccio-

375685



nada en su amarillez y brillo. El hilado puede ser efectuado de una manera conocida per se.

El compuesto representado por la anterior fórmula general (I) de la presente puede ser añadido antes o después de la adición del disolvente, o simultáneamente con la misma, en la preparación de la disolución de hilado.

El polímero de acrilonitrilo puede ser producido por los procedimientos convencionales (por ej. Patentes de los E.U. Nos. 2.751.374, 3.202.641, 2.748.106, 2.777.832 y 2.628.223). Después es preparada una disolución homogénea que contiene desde aproximadamente 5 a aproximadamente 35% en peso de dicho polímero en un disolvente inerte. Puede emplearse cualquier disolvente orgánico o inorgánico conocido inerte para el polímero de acrilonitrilo. La disolución de hilado de la presente invención es transformada por hilado en fibras por un procedimiento de hilado en estado húmedo o en seco conocido en general. Como se ha dicho anteriormente, en la práctica de la presente invención es posible emplear bien disolventes orgánicos o inorgánicos. Cuando se utiliza particularmente un disolvente inorgánico tal como una disolución acuosa concentrada de un halogenuro de metal, tiocianato de metal y de aquellas sales y sales mixtas citadas en la Patente de los E.U. Nos. 2.648.646 a 2.648.649, es aumentado el efecto de la presente invención. Son ejemplos de los halogenuros y tiocianatos de metales el cloruro de zinc, cloruro de calcio, bromuro de litio, bromuro de cadmio, yoduro de cadmio, tiocianato de sodio, tiocianato de calcio, tiocianato de potasio, tiocianato de zinc, tiocianato de amonio,

375685

14 FEB



etc.

El polímero de acrilnitrilo que consta principalmente de acrilnitrilo es un homopolímero de acrilnitrilo o un copolímero de al menos 70%, y preferiblemente al menos 80%, en peso, de acrilnitrilo, y hasta un 30%, y preferiblemente hasta un 20%, en peso, de al menos un monómero monoetilénicamente no saturado copolimerizable con el acrilnitrilo. Estos monómeros monoetilénicamente no saturados incluyen el ácido acrílico; ácido metacrílico; los ésteres acrílicos tales como el acrilato de etilo, acrilato de metilo, acrilato de butilo, acrilato de octilo, acrilato de metoxietilo, acrilato de fenilo, acrilato de ciclohexilo, acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo y acrilato de dimetil aminoetilo; los ésteres metacrílicos tales como el metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de butilo, metacrilato de octilo, metacrilato de metoxietilo, metacrilato de fenilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo y metacrilato de dimetil aminoetilo; las amidas acrílicas y amidas metacrílicas o sus sustituyentes de alcohol; las cetonas no saturadas tales como la metil vinil cetona, fenil vinil cetona y metil isopropenil cetona; los ésteres vinílicos de compuestos carboxílicos orgánicos tales como el formiato de vinilo, acetato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo, tiolacetato de vinilo y benzoato de vinilo; N-alcoholamaleinimida, N-vinil carbazol, N-vinil succinimida, N-vinil ftalimida, N-vinil pirrolidona y éter vinílico; las vinil piridinas tales como la 2-vinilpiridina, 4-vinil piridina y 2-metil-5-vinil piridina; el estireno y sus sustituyentes de alcohol; alcohol alílico; los halogenuros de vinilo y halogenuros de vinilideno tales como el cloruro de vinilo, bromuro de vinilo y -



cloruro de vinilideno; metacrilonitrilo; los ácidos sulfónicos no saturados tales como el ácido alilsulfónico, ácido metalil sulfónico y ácido estireno sulfónico, y sus sales; los compuestos cíclicos tales como la betapropiolactona.

Los polímeros tienen preferiblemente un peso molecular promedio de 40.000 a 150.000, aunque el peso molecular puede estar comprendido entre 15.000 y 250.000.

La invención será además explicada con referencia a los Ejemplos siguientes y a los dibujos anexos, en los que la Fig. 1 y la Fig. 2 son gráficas que muestran, respectivamente, el brillo y la amarillez de la fibra de acrilonitrilo en relación con el contenido de monoestearato de glicerilo de la fibra. En estos Ejemplos, todos los tantos por ciento y partes son en peso, a no ser que se especifique otra cosa.

Ejemplo 1

Once partes de un polímero de acrilonitrilo que constaba de 91'0% de acrilonitrilo, 8'6% de acrilato de metilo y 0'4% de metalilsulfonato de sodio, producido por un procedimiento de polimerización en suspensión acuosa con un sistema catalizador redox de clorato de sodio-sulfito de sodio, fueron disueltas en 89 partes de disolución acuosa al 44'3% de tiocianato de sodio, para preparar una disolución homogénea de polímero. Después fué añadido y mezclado cada uno de los compuestos de monoéster de glicerina con ácidos grasos superiores citados en la Tabla 1. La disolución de hilado así obtenida fué extruída en una

375685

20 EN 

disolución acuosa al 12% de tiocianato de sodio a -32C, a través de una tobera de 15.000 orificios, con un diámetro de orificio de 0'067 mm., para formar filamentos. Los filamentos fueron lavados con agua, después tratados durante 15 segundos en una disolución acuosa de un pH de 3 que contenía 0'03% de SO₄Na₂, y después estirados a 10 veces su longitud en agua hirviendo. Después, los filamentos estirados fueron relajados por calor en estado húmedo a una temperatura de 125°C, de modo que la contracción fué de aproximadamente 30%, para preparar fibras de 3 denier. Fueron medidos la amarillez y el brillo de las fibras de acrilonitrilo así obtenidas, y los resultados se muestran en la Tabla 1.

Medida de la amarillez o grado de amarilleamiento:

Las fibras fueron dispuestas en la misma dirección, y fueron determinados los factores de reflexión frente a luces de longitudes de onda de 453, 553 y 595 milimicras, con respecto a una placa de óxido de magnesio, y el amarilleamiento fué calculado por la fórmula que se da a continuación. Cuanto más pequeño es el valor, más bajo es el grado de color de la fibra.

$$\text{Amarillez} = \frac{R_{595} - R_{453}}{R_{553}} \times 100$$

Medida del brillo:

El brillo es el tanto por ciento del factor de reflexión frente a la luz de una longitud de onda de 553 milimicras empleada en el cálculo de la amarillez. Por lo

375685



tanto, cuanto mayor es el valor, más alto es el brillo.

Como se deduce de los resultados de la Tabla 1, la fibra producida añadiendo un monoéster de glicerina con un ácido graso superior, o un derivado de su monoéster, de la presente invención a una disolución de hilado, era notablemente mejor en cuanto a amarillez y brillo.

Tabla 1

	<u>Aditivo</u>	<u>Proporción de adición (%) 1)</u>	<u>Amarillez</u>	<u>Brillo</u>
10	Ninguno	0	5'2	88'4
	GMS	3	3'3	91'2
	"	5	2'7	92'0
	" (POE-2)	5	2'9	92'4
	" (POE-6)	5	3'8	90'8
15	GMO	5	3'2	91'9
	GML	5	3'5	91'2

En la tabla anterior, GMS representa monoestearato de glicerilo, GMS (POE-2) ó GMS (POE-6) representa una adición de 2 ó 6 moles de óxido de etileno al monoestearato de glicerilo, GMO representa monooleato de glicerilo y GML representa monolaurato de glicerilo.

Nota: 1) Con respecto al peso del polímero.

Ejemplo 2

De la misma manera que en el Ejemplo 1, fué preparada una disolución homogénea de un polímero de acrilonitrilo con una disolución acuosa de tiocianato de sodio.

375695



A dicha disolución de polímero se añadió y mezcló monoestearato de glicerilo a cada una de las velocidades mostradas en la Tabla 2. La disolución de hilado así obtenida -
fué hilada en húmedo según el Ejemplo 1, y fué después -
5 post-tratada para obtener una fibra de acrilonitrilo de 3
denier. Fueron medidos la amarillez y el brillo de cada -
una de las fibras de acrilonitrilo así obtenidas, y los re-
sultados se muestran en la Tabla 2 y se ilustran en las
Figuras 1 y 2.

10 Como se deduce de la Tabla 2 y de las Figuras 1
y 2, al aumentar el contenido de monoestearato de gliceri-
lo fueron mejorados notablemente la amarillez y el brillo.
Al comparar entre sí fibras de acrilonitrilo que mostraban
una diferencia de más de aproximadamente 1 en cada uno de
15 los valores de amarillez y brillo, se observó a simple vis-
ta una diferencia neta entre ellas. Es decir, al observar
a simple vista la fibra de acrilonitrilo que contenía 2'8%
de monoestearato de glicerilo de este ejemplo y una mues-
tra en blanco de fibra de acrilonitrilo que no contenía mo-
20 noestearato de glicerilo en absoluto, la fibra patrón o
muestra en blanco era más bien amarillenta y tenía un bri-
llo más bien mate y similar a un tono pastel, pero la fi-
bra que contenía el compuesto según la presente invención
no mostró amarillez en absoluto, tenía una blancura de nie-
25 ve, no era mate, no tenía brillo de tipo pastel y era de
color claro.

Como se deduce de la Tabla 2, el compuesto re-
presentado por la fórmula general (I) según la presente
invención y el polímero de acrilonitrilo son de compati-
30 bilidad tan elevada que la conservación de dicho compues-

375685



to en la fibra es elevada. (La pérdida de dicho compuesto es pequeña en el hilado y en las operaciones de lavado con agua y post-tratamiento)

Tabla 2

5	Cantidad de adición a la disolución de hilado (%) 1).	Contenido en la fibra (%) 2)	Amarillez	Brillo
	Ninguna adición	-	4'9	88'5
	0'8	0'6	4'1	89'5
10	2'2	1'8	3'7	90'4
	3'4	2'8	3'0	90'8
	4'5	3'3	2'9	91'5
	5'5	4'7	2'7	91'8
	8'0	6'7	2'6	91'8
15	10'0	8'5	2'4	92'6

Nota: 1) Con respecto al peso del polímero

2) Con respecto al peso de la fibra.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Japón, el 27 de Enero de 1.969, bajo el número 6194/69, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-

375605

13-1-70

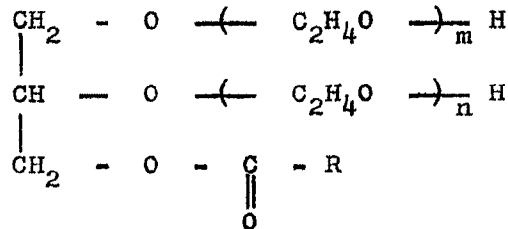
23 MAYO



tente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5
 10
 15

1.- Un procedimiento para preparar filamentos mejorados en su amarillez y brillo, que comprende extraer una disolución homogénea que comprende desde aproximadamente 5% a aproximadamente 35% en peso de un polímero que contiene al menos 70% de acrilonitrilo en forma polimerizada, un disolvente inerte de dicho polímero y de 0'2% a 20%, basado en el peso de dicho polímero, de un monoglicérido o su derivado que tiene la fórmula general



20
 25

en la que R es un grupo de alcohol o alqueno que contiene de 10 a 22 átomos de carbono, y m y n son, cada uno de ellos, un número entero que satisface la condición de que $0 \leq m + n \leq 10$, a través de orificios de hilado, para formar filamentos, lavar dichos filamentos en un baño acuoso, con lo que dicho disolvente es extraído sustancialmente de dichos filamentos, y secar después dichos filamentos.

30

2.- Un procedimiento para preparar filamentos mejorados en su amarillez y brillo.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan

20-5-72

375685

23 MAYO 1972



y para los fines que se han especificado.

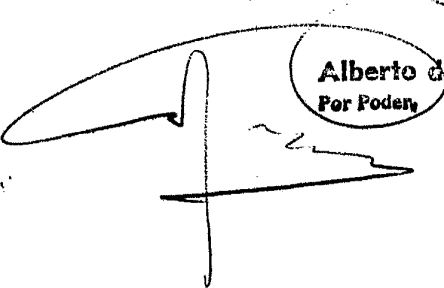
Esta Memoria consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

23 MAYO 1972

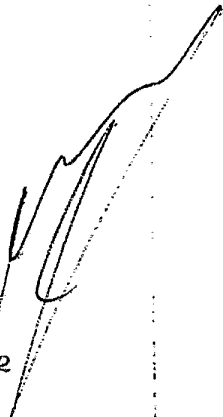
5

Madrid,

P.A.



Alberto de Elzaburu
Por Poderes



20-5-72

LFG.

-14-

375685

375685

206

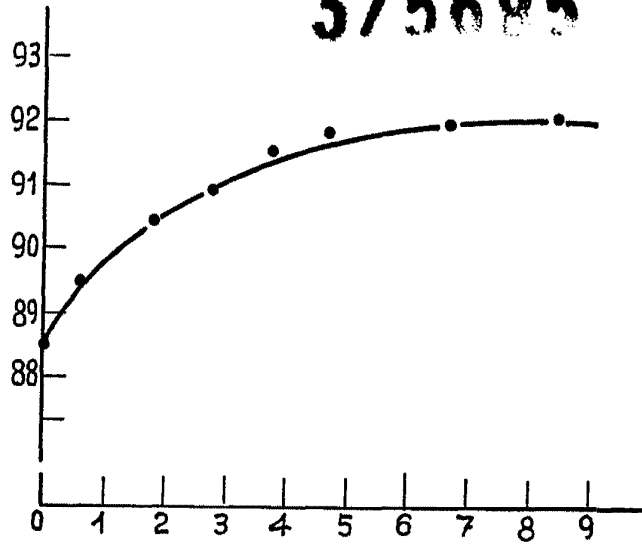


Fig: 1

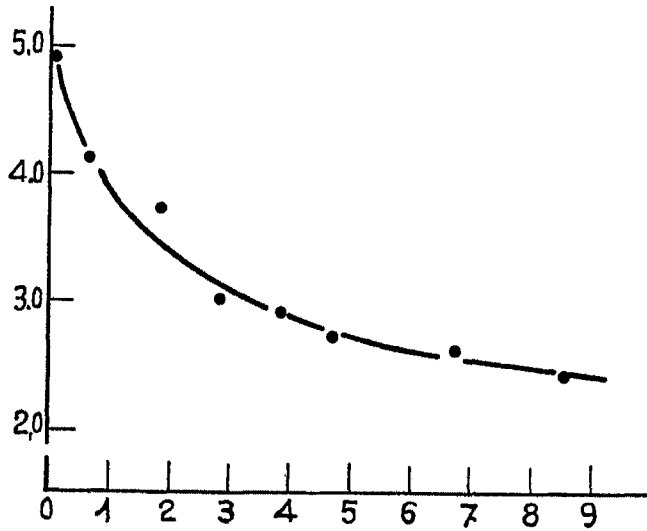


Fig: 2

Alberto J. M. ...
for Podar