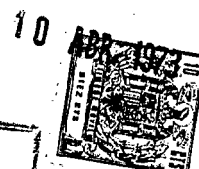


PATENTE DE INVENCION

Case No. 24.898.

413531

Int. Cl.: D01F, C02F



Memoria Descriptiva

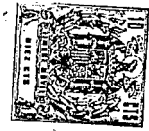
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FIBRAS ACRILICAS
POROSAS.

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 acrílicas porosas a partir de una so-
lución de hilatura preparada disolviendo un polímero de
acrilonitrilo formador de fibras en un disolvente inorgáni-
co acuoso para el mismo.

5.



Más particularmente, la presente invención se relaciona con un procedimiento, industrialmente ventajoso, para la producción de fibras acrílicas porosas que contienen numerosas cavidades finas y estables en las mismas y excelentes propiedades físicas, cuyo proceso comprende dispersar en una solución de hilatura un polímero de acrilonitrilo en un disolvente inorgánico acuoso, tanto un líquido inerte de bajo punto de ebullición que sea prácticamente insoluble en el mismo como un gas inerte; hilar en húmedo la solución de hilatura así modificada en un coagulante acuoso, bajo condiciones tales que el citado líquido de bajo punto de ebullición no se evapore o disuelva; y a continuación calentar los filamentos así coagulados para evaporar el líquido de bajo punto de ebullición.

Con anterioridad ya se han dado a conocer muchos procesos para la producción de fibras porosas o huecas empleando técnicas de hilatura en húmedo.

En uno de dichos procedimientos de la técnica anterior, se dispersa un gas inerte en la solución de hilatura y la dispersión resultante se hila para formar fibras. El proceso requiere el empleo de un dispositivo dispersante especial, tal como un molino coloidal, para dispersar el gas como finas burbujas dentro de la solución de hilatura. Sin embargo, incluso con el empleo del dispositivo dispersante especial, resulta extremadamente difícil proporcionar burbujas de gas del diámetro fino necesario. En consecuencia, el proceso conduce a frecuentes interrupciones debido a las roturas de filamentos en las etapas de hilatura y estirado no habiendo sido posible mantener la necesaria continuidad de procesado, necesaria para la producción comercial.

En otro de dichos procedimientos, se dispersa un lí-



- quido de bajo punto de ebullición en la solución de hilatura, se hila en húmedo y coagula la solución de hilatura así modificada y se evapora el líquido. Sin embargo, en este proceso, se obtiene un número insuficiente de cavidades en los filamentos obtenidos, para proporcionar el grado deseado de porosidad.
5. El uso incrementado del líquido de bajo punto de ebullición, para aumentar la porosidad, no solo incrementa los costos de producción enormemente sino que conduce también a la obtención de propiedades inaceptables en las fibras, en particular la resistencia y el alargamiento.
10. De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para preparar fibras acrílicas porosas, que comprende preparar una solución de hilatura de un polímero de acrilonitrilo formador de fibras que contiene como mínimo 70 % en peso aproximadamente de acrilonitrilo, estando constituido el resto por uno o más monómeros vinílicos copolimerizables con el mismo, en un disolvente inorgánico acuoso de dicho polímero; dispersar en dicha solución de hilatura, en forma de burbujas de un diámetro medio inferior a 50 micras aproximadamente, un líquido inerte que tiene un punto de ebullición del orden de 30 a 100°C y un gas inerte que sea prácticamente insoluble en dicha solución de hilatura y un coagulante acuoso para el mismo, siendo dispersados dicho líquido y dicho gas en cantidades proporcionadas por la relación co-dependiente ABCDE mostrada en el dibujo adjunto; hilar la dispersión así obtenida, en dicho coagulante acuoso, bajo condiciones en las cuales se retengan las burbujas dispersadas dentro del filamento coagulado; y a continuación pasar el filamento coagulado a través de vapor de agua o de agua, a una temperatura en o por encima del punto de ebullición de dicho líquido, a la vez que
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



el filamento se encuentra en un estado gelificado hinchado, homogéneo, al objeto de evaporar dicho líquido.

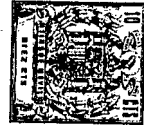
- De acuerdo con la presente invención, es totalmente inesperado el que la combinación de un líquido de bajo punto de ebullición y un gas inerte, proporcione cavidades mucho más finas que las obtenidas mediante el empleo del gas inerte solamente, que la cantidad de líquido de bajo punto de ebullición, necesaria para proporcionar la porosidad deseada, se reduzca grandemente con respecto a la requerida mediante el empleo de líquido solamente, y que los diversos problemas asociados a los procedimientos anteriores, sean salvados a la vez que se proporciona una fibra acrílica porosa de excelentes propiedades físicas.
- Aunque la forma en la cual se obtienen los resultados mejorados, por la presente invención, no es del todo conocida y a pesar de que la entidad solicitante no desea ligarse a ninguna teoría en particular, se cree que la dispersión del líquido de bajo punto de ebullición y del gas inerte en la solución de hilatura hace que el líquido pase a través de procesos de gasificación y expansión que se traducen en una coalescencia con el gas inerte, conduciendo ésto a su vez a la producción de burbujas que contienen líquido de bajo punto de ebullición dentro de la composición de hilatura, cuyas burbujas se reducen entonces de tamaño mediante la agitación que acompaña a la operación de dispersión, y por último el líquido de bajo punto de ebullición se condensa y licúa en combinación con la compresión ejercida sobre la solución de hilatura a medida que ésta se bombea al proceso de hilatura. Este comportamiento del líquido de bajo punto de ebullición, se supone que es la razón de la obtención de los resultados mejorados.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- El líquido de bajo punto de ebullición, útil en el proceso de la presente invención, es un compuesto inorgánico u orgánico que es prácticamente insoluble en la composición de hilatura y en el coagulante acuoso utilizado con la misma.
5. Este líquido debe tener un punto de ebullición del orden de 30 a 100°C, preferiblemente del orden de 60 a 80°C. Como líquidos de bajo punto de ebullición adecuados, se mencionan, por ejemplo: tetracloruro de carbono, cloruro de butilo, cloruro de propionilo, cloruro de propilo, cloruro de alilo, cloruro de isoamiló, tricloroetileno, tricloroetano, benceno,
10. n-hexano, ciclohexano, ciclohexadieno, ciclopentano, dimetilbutano, dimetilfurano y disulfuro de carbono. Un líquido preferido es el n-hexano.
- En el caso de que el líquido de bajo punto de ebullición sea soluble en la composición de hilatura, será imposible obtener fibras que posean las características de porosidad que constituyen el objeto de la presente invención. En
15. adición, si el líquido de bajo punto de ebullición es soluble en el coagulante acuoso, será también imposible obtener fibras que tengan las características de porosidad que constituyen el objeto de la presente invención. El término "prácticamente insoluble" tal como se utiliza en esta Memoria y reivindicaciones, quiere dar a entender un líquido de bajo punto de ebullición cuya solubilidad no excede del 0,5 % en peso aproximadamente, a 20°C, bien en la solución de hilatura o bien en
20. el coagulante acuoso.
- Los líquidos de bajo punto de ebullición que poseen puntos de ebullición por debajo de 30°C aproximadamente, no pueden ser empleados en el proceso de esta invención, debido a
25. que las soluciones de hilatura que implican disolventes inorgá-
- 30.



- nicos, nuevos, de polímeros, se emplean generalmente en la hilatura en húmedo a temperaturas que causarían la evaporación prematura del líquido de bajo punto de ebullición y la pérdida consecuente de la porosidad deseada de las fibras. Los líquidos que poseen puntos de ebullición superiores a 100°C, no pueden emplearse eficazmente en el proceso de esta invención, debido a que son difíciles de expandir rápidamente y a que se evaporan de la fibra bajo las condiciones asociadas normalmente con el procesado en húmedo de las fibras acrílicas hiladas en húmedo.
- 5.
10. El gas inerte útil en el proceso de la presente invención es un gas no reactivo con la solución de hilatura y coagulante, y prácticamente insoluble en estos últimos. Como gases adecuados, se mencionan por ejemplo: aire, nitrógeno, argon, helio y neón.
15. El único dibujo de la presente invención es un diagrama ortogonal coordinado resultante de trazar los niveles de utilización eficaces de líquido de bajo punto de ebullición y gas inerte y conectar los puntos para proporcionar un área eficaz cerrada que representa la relación codependiente entre el empleo de líquido de bajo punto de ebullición y el empleo de gas inerte, que resulta eficaz para el proceso de la presente invención. Los coordinados eficaces conectados, están representados como A (1, 5), B (1, 0,01), C (30, 0,01), D (30, 0,5) y E (5, 5). El área representada por el diagrama más pequeño resulta de conectar los coordinados F (2, 2), G (0,05), H (10, 0,05), I (10, 0,5) y J (5, 2) e indica una relación codependiente preferida entre el empleo de líquido de bajo punto de ebullición y el empleo de gas inerte. Los valores de líquido de bajo punto de ebullición trazados son porcentajes en peso, basados en el peso de la solución de hilatura. Los valores
- 20.
- 25.
- 30.



del gas inerte son porcentajes en volúmen, basados en el volúmen de la solución de hilatura. El empleo de líquido de bajo punto de ebullición y de gas inerte dentro del área definida mediante la conexión de las coordenadas, como se muestra en el dibujo, conduce a los resultados deseables de la presente invención. El empleo fuera del área abarcada por la conexión de las coordenadas, se traduce en una pérdida de las propiedades deseables conseguidas por la presente invención.

El gas inerte y el líquido de bajo punto de ebullición pueden introducirse en la solución de hilatura mediante cualquier método conveniente para su dispersión en la misma. El líquido de bajo punto de ebullición puede introducirse y dispersarse en la solución de hilatura primeramente, seguido por la introducción y dispersión del gas inerte. Alternativamente, el gas inerte puede introducirse y dispersarse primeramente en la solución de hilatura tras lo cual se efectúa la introducción y dispersión del líquido de bajo punto de ebullición. Un método de introducción particularmente preferido consiste en preparar en primer lugar una mezcla gaseosa dispersando el líquido de bajo punto de ebullición, en forma de un gas o niebla, en el gas inerte e introduciendo y dispersando entonces esta mezcla gaseosa en la solución de hilatura. Este procedimiento preferido de introducción y dispersión de líquido de bajo punto de ebullición y de gas inerte permite la obtención de tamaños de burbujas extremadamente finos en la solución de hilatura.

Para llevar a cabo la dispersión del líquido de bajo punto de ebullición y del gas inerte en la solución de hilatura, se utiliza agitación mecánica. Un dispositivo mecánico particularmente eficaz consiste en un desintegrador de líquido



- del tipo de engranajes planetarios o en un homomezclador en línea utilizado en combinación con el transporte de la solución. En general, es preferible realizar la dispersión hasta que el diámetro medio de las burbujas, en la solución de hilatura, no sea superior a 50 micras aproximadamente, con preferencia no superior a 30 micras aproximadamente, medido a partir de las determinaciones fotomicrográficas, como más adelante se describirá. Cuando el diámetro medio de las burbujas es superior a 50 micras aproximadamente, pueden obtenerse problemas con respecto a la capacidad de hilado, rotura de filamentos en el momento de hilar y estirar y poros no uniformes. Por consiguiente, es deseable mantener el diámetro de las burbujas por debajo de 50 micras aproximadamente, para evitar dichos problemas potenciales.
5. La solución de hilatura, con su contenido dispersado de líquido de bajo punto de ebullición y gas inerte, se hila entonces en un baño de coagulación acuoso, de acuerdo con los procesos de hilatura en húmedo convencionales. Normalmente, el baño de coagulación acuoso se mantiene a una temperatura por debajo de 20°C aproximadamente y, con preferencia, por debajo de unos 10°C, llevándose a cabo la coagulación de forma eficaz. El empleo de temperaturas del baño de coagulación acuoso superiores a unos 20°C, se traduce en la desvitrificación de las fibras acrílicas obtenidas a partir de soluciones acuosas en un disolvente inorgánico de polímeros de acrilonitrilo formadores de fibras, lo cual debe evitarse. Las burbujas introducidas en la solución de hilatura mediante la combinación de líquido de bajo punto de ebullición y gas inerte, están presentes en la fibra coagulada como ya se ha especificado. La fibra coagulada se lava con agua, lo cual puede
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

413531⁻⁹⁻



- estar acompañado por un estirado parcial, de acuerdo con los procedimientos convencionales. Dicho lavado con agua no implica temperaturas superiores a unos 20°C. La fibra lavada se trata entonces con agua caliente o vapor de agua a temperaturas en o por encima del punto de ebullición del líquido de bajo punto de ebullición mientras que la fibra se encuentra todavía en un estado gelificado hinchado homogéneo. Mediante dicho tratamiento, el líquido de bajo punto de ebullición presente en estado líquido en la fibra gelificada hinchada, se evapora rápidamente para dejar finas cavidades dentro de la fibra. Las cavidades surgen de la evaporación del líquido de bajo punto de ebullición por sí solo, de dicho líquido en combinación con el gas inerte o de la coalescencia de las cavidades resultantes de la evaporación del líquido de bajo punto de ebullición y del escape de gas inerte atrapado en la fibra inicialmente coagulada, es decir, antes del empleo de agua caliente o vapor de agua. La fibra que contiene cavidades se estira entonces en agua caliente a una temperatura superior a unos 80°C. Dicho estirado provoca el alargamiento de las cavidades en la dirección de estirado y la fibra obtiene de este modo cavidades alargadas uniformes sobre su longitud total. El estirado en caliente puede efectuarse en una sola etapa o en porciones en etapas múltiples. Dicho estirado puede estar acompañado también por un lavado con agua antes de la formación de las cavidades, aprovechándose de la capacidad de estirado en frío limitada del filamento hilado. El estirado puede realizarse también mediante el empleo de vapor de agua. El estirado aquí contemplado es el convencionalmente utilizado para la orientación de fibras.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. La fibra gelificada e hinchada, que contiene cavi-



5. dades y que está orientada mediante estirado en caliente, se compacta entonces, según la estructura de la fibra, mediante secado, y puede someterse a otras etapas de procesado convencionales según se desee. Dichas etapas adicionales incluyen, por ejemplo, relajación térmica, tratamientos con agentes de acabado y post-secado, tal y como se utilizan convencionalmente.

10. No es necesario efectuar la formación de cavidades mediante el empleo exclusivo de una etapa adicional de tratamiento térmico con agua caliente o vapor de agua, pero la formación de cavidades puede acompañar a una etapa convencional adecuada performada sobre la fibra mientras está todavía en un estado gelificado, hinchado homogéneo, antes de la compactación. Una operación preferida durante la cual se efectúa la formación de cavidades es en combinación con el estirado en caliente que se realiza para fines de orientación. Igualmente, es posible realizar la formación de cavidades en combinación con el lavado con agua elevando la temperatura de la misma por etapas.

15. La fibra acrílica obtenida mediante el proceso de la presente invención posee cavidades finas alargadas distribuidas uniformemente por toda la longitud de la fibra. Estas cavidades no son destruidas por ninguna de las etapas de procesado ulteriores, tales como las etapas de estirado, compactación o rizado. La fibra resultante posee también elevadas propiedades de resistencia y alargamiento y resulta eminentemente adecuada para usos tales como ropas, ropa de cama y materiales de relleno en virtud de su peso ligero y de sus propiedades elásticas y aislantes, que constituyen unos requerimientos importantes para la mayor parte de los usos indus-

20.

25.

30.

413531

- 11 -



triales.

5. El polímero de acrilonitrilo útil como polímero formador de fibras, puede ser un homopolímero de acrilonitrilo o un copolímero que contiene como mínimo un 70 % en peso aproximadamente de acrilonitrilo, estando constituido el resto por uno ó más monómeros vinílicos copolimerizables con el mismo. Puede emplearse también una mezcla de polímeros.
10. Como disolvente del polímero, empleado para formar la solución de hilatura, se requiere un disolvente inorgánico acuoso. Los disolventes inorgánicos adecuados incluyen las soluciones acuosas concentradas de sales de tiocianatos, tales como tiocianatos de sodio, potasio, amonio y calcio, cloruro de zinc y ácidos perclórico, nítrico y sulfúrico. En el proceso de la presente invención, no pueden utilizarse disolventes orgánicos, tales como dimetilformamida, dimetilacetamida o dimetilsulfóxido, puesto que dichos disolventes disuelven al líquido de bajo punto de ebullición y no permiten la obtención del estado dispersado del mismo que es necesario.
15. La concentración del polímero de acrilonitrilo en la solución de hilatura es generalmente del orden de 5 a 25 % en peso aproximadamente, basado en el peso de la solución de hilatura, y está influenciada por el peso molecular del polímero, como ya se conoce.
20. El coagulante acuoso empleado es aquél que normalmente está asociado con el disolvente inorgánico acuoso del polímero, particular, utilizado. Mediante el proceso de la presente invención, no se imponen requerimientos especiales en cuanto al coagulante acuoso.
25. La invención se ilustra por los siguientes ejemplos en los cuales todas las partes y porcentajes se expresan en
- 30.



peso a menos que se especifique lo contrario.

El valor de porosidad de la fibra se evalúa determinando la densidad específica de la fibra. Ya ha sido determinado que una fibra preparada sin la provisión de cavidades en la misma, tiene una densidad específica de 1,18. Igualmente, se ha determinado que la porosidad satisfactoria no se consigue hasta obtener una densidad específica por debajo de 1,15 aproximadamente.

El diámetro medio D de las burbujas de la solución de hilatura con su contenido dispersado de líquido de bajo punto de ebullición y gas inerte, se obtiene haciendo una fotografía micrografía de la dispersión y midiendo el diámetro D_i de 200 burbujas de la misma. El diámetro medio se calcula entonces a partir de la ecuación:

$$D = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{200} D_i^2}{200}}$$

EJEMPLOS 1-11

Se disuelve, a 70°C, un copolímero consistente en 90 % de acrilonitrilo y 10 % de acrilato de metilo, en una solución acuosa al 44 % de tiocianato sódico, para proporcionar una concentración de polímero del 11 %. La solución se desairea y se enfría a unos 25°C. Esta solución se divide en 16 porciones para su ulterior modificación y empleo en la hilatura de fibras. Se utilizan 11 porciones para preparar fibras de acuerdo con el proceso de la presente invención y 5 de las porciones se utilizan para preparar fibras mediante procedimientos de la técnica anterior comparativos. Cada porción, adecuadamente modificada, se procesa individualmente



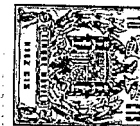
para formar fibras.

5. Cada una de las porciones de la solución de hilatura, procesadas de acuerdo con la presente invención, se modifican con líquido de bajo punto de ebullición y con gas inerte (aire) tal como se indica en la Tabla I. Las soluciones de hilatura así modificadas mediante incorporación del líquido de bajo punto de ebullición y del aire, se agitan por medio de un desintegrador de líquidos del tipo de engranajes planetarios, para proporcionar el diámetro medio de burbujas suministrado en la Tabla I. El líquido de bajo punto de ebullición y el aire, se introducen en la solución de hilatura por separado, añadiéndose en primer lugar el líquido.

10. La solución de hilatura modificada, se hila, en cada caso, en un baño acuoso de coagulación a 0°C consistente en una solución acuosa al 12 % de tiocianato sódico. La hilera contenía 50 orificios, cada uno de ellos con un diámetro de 0,1 mm. La fibra coagulada se lava con agua a 20°C y se estira con una relación de estirado de 2 en combinación con dicho lavado. La fibra lavada se estira entonces con una relación de estirado de 5, en agua hirviendo. El tratamiento con agua hirviendo hace también que el líquido de bajo punto de ebullición se gasifique y evapore de la fibra con el aire atrapado, para proporcionar cavidades en dicha fibra. La fibra se seca entonces en aire a 120°C para compactar la estructura y por último se relaja termicamente en vapor de agua saturado a 125°C. En la Tabla I, se proporcionan las diversas modificaciones y detalles.

EJEMPLOS COMPARATIVOS A-E

30. El procedimiento seguido fué el de los ejemplos 1 a 11 anteriores, a excepción de que las soluciones de hilatura



fueron modificadas con líquido de bajo punto de ebullición por separado o con gas inerte (aire) por separado. En la Tabla I, se proporcionan también las modificaciones y detalles.

5. A la hora de procesar las fibras de los ejemplos 1 a 11, no surgieron problemas con respecto a la hilatura. Las fibras obtenidas tenían bajas densidades específicas, lo cual era indicativo de numerosas cavidades, y poseían una excelente resistencia a la vista de las muchas cavidades.
10. A la hora de procesar las fibras de los ejemplos comparativos A-E, surgieron problemas de hilatura. En los ejemplos comparativos A-C, los filamentos se rompían frecuentemente tanto en la hilatura como en el estirado, deteniendo de este modo la continuidad del proceso de hilatura. Las interrupciones incrementaban según aumentaba el empleo de aire.
15. La fibra obtenida, una vez practicado el procesado, era de una porosidad pobre, conteniendo pocas cavidades de tamaño no uniforme. En los ejemplos comparativos D y E, se obtuvieron pocas cavidades. El empleo de cantidades superiores de líquido de bajo punto de ebullición por encima de las registradas, provocó la rotura frecuente de los filamentos lo cual trajo como resultado la obtención de una fibra de ningún valor práctico.
- 20.
25. Con el fin de determinar la naturaleza de las fibras producidas mediante el proceso de la presente invención y mediante el proceso comparativo, se realizaron fotomicrografías de las secciones transversales de las fibras del ejemplo 3 y del ejemplo comparativo C. Estas fotomicrografías revelaron que la fibra del ejemplo 3 contenía numerosas cavidades finas y uniformemente distribuidas mientras que la fibra del ejemplo C contenía unas cuantas cavidades grandes y distribuidas heterogeneamente.
- 30.

413531

T A B L A I

413531



EJEMPLO	EMPLEO DE AIRE ①	LIQUIDO DE BAJO PUNTO DE EMBUDO ②		PROPIEDADES DE LAS FIBRAS		DIAMETRO MEDIO DE LAS BUREBUJAS (MICRAS) ④
		NOMBRE	EMPLEO	DENSIDAD ESPECIFICA	RESISTENCIA ③	
1	1,0	n-hexano	2,0	1,15	3,76	12
2	5,0	"	0,01	1,12	3,13	34
3	6,0	"	0,05	1,11	3,07	22
4	6,0	"	0,1	1,06	3,08	14
5	6,0	"	0,5	1,04	2,87	18
6	6,0	"	3,7	0,94	2,05	16
7	6,0	Tetracloruro de carbono	0,1	1,10	3,10	24
8	28	n-hexano	0,25	0,90	1,76	26
9	25	"	1,25	0,90	1,82	23
10	2,5	"	5,0	1,12	3,10	16
11	5	"	5,25	1,05	3,03	14
A	1,0	Ninguno	0	1,18	3,75	32
B	3,0	Ninguno	0	1,18	3,35	34
C	6,0	Ninguno	0	1,13	2,55	46
D	0,0	Tetracloruro de carbono	3,5	1,17	3,65	--
E	0,0	Tetracloruro de carbono	4,0	1,15	2,76	--

- Notas:
1. % en volumen con respecto al volumen de solución de hilatura.
 2. % en peso con respecto al peso de solución de hilatura.
 3. Gramos por denier.
 4. Pasado en la fotomicrografía de solución de hilatura.

POOR QUALITY

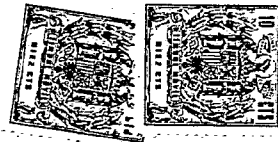
413531

T A B L A I

EJEMPLO	EMPLEO DE AIRE ①	LIQUIDO DE BAJO PUNTO DE EBULLICION		PR DENS: ES.
		NOMBRE	EMPLEO ②	
1	1,0	n-hexano	2,0	1,0
2	6,0	"	0,01	1,0
3	6,0	"	0,05	1,0
4	6,0	"	0,1	1,0
5	6,0	"	0,5	1,0
6	6,0	"	3,7	0,9
7	6,0	Tetracloruro de carbono	0,1	1,1
8	28	n-hexano	0,25	0,9
9	25	"	1,25	0,9
10	2,5	"	5,0	1,1
11	5	"	5,25	1,0
A	1,0	Ninguno	0	1,18
B	3,0	Ninguno	0	1,18
C	6,0	Ninguno	0	1,12
D	0,0	Tetracloruro de carbono	3,5	1,17
E	0,0	Tetracloruro de carbono	9,0	1,15

- Notas:
1. % en volúmen con respecto al volúmen de solución de hilatura.
 2. % en peso con respecto al peso de solución de hilatura.
 3. Gramos por denier.
 4. Basado en la fotomicrografía de solución de hilatura.

**POOR
QUALITY**



413531

CANTIDAD DE EMPLEO ②	PROPIEDADES DE LAS FIBRAS		DIAMETRO MEDIO DE LAS BURBUJAS (MICRAS) ④
	DENSIDAD ESPECIFICA	RESISTENCIA ③	
2,0	1,15	3,76	12
0,01	1,12	3,13	34
0,05	1,11	3,07	22
0,1	1,06	3,08	14
0,5	1,04	2,87	18
3,7	0,94	2,05	16
0,1	1,10	3,10	24
0,25	0,90	1,76	26
1,25	0,90	1,82	23
5,0	1,12	3,10	16
5,25	1,05	3,03	14
0	1,18	3,75	32
0	1,18	3,35	34
0	1,13	2,55	46
3,5	1,17	3,65	--
2,0	1,15	2,76	--

solu
ón de
de

**POOR
QUALITY**

413531



NOTA

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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 Japón con el nº SHO 47-35850 de 10 de abril de 1.972, acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FIBRAS ACRILICAS POROSAS; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1.- Procedimiento para preparar fibras acrílicas porosas, caracterizado porque comprende preparar una solución de hilatura de un polímero de acrilonitrilo formador de fibras que contiene como mínimo un 70 % en peso, aproximadamente, de acrilonitrilo y estando constituido el resto por uno o más monómeros vinílicos copolimerizables con el mismo, en un disolvente inorgánico acuoso para dicho polímero; dispersar en la solución, en forma de burbujas de un diámetro medio inferior a 50 micras aproximadamente, un líquido inerte que tiene un punto de ebullición del orden de 30 a 100°C y un gas inerte que sea practicamente insoluble en dicha solución de hilatura
 10. y un coagulante acuoso para los mismos, siendo dispersados dicho líquido y dicho gas en cantidades determinadas por la relación codependiente ABCDE mostrada en el dibujo adjunto; hilar la dispersión así obtenida en dicho coagulante acuoso bajo condiciones tales que se retengan las burbujas dispersadas dentro del filamento coagulado; y pasar a continuación el
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

413531



Filamento coagulado a través de vapor de agua o de agua a una temperatura de o por encima del punto de ebullición de dicho líquido mientras que el filamento se encuentra en un estado gelificado, hinchado, homogéneo, con el fin de evaporar dicho líquido.

5.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el diámetro medio de las burbujas es inferior a 30 micras aproximadamente.

10.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho líquido y dicho gas se dispersan en cantidades proporcionadas por la relación codependiente FGHIJ mostrada en el dibujo adjunto.

15.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho líquido es n-hexano.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho líquido es tetracloruro de carbono.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho gas es aire.

20.

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho polímero de acrilonitrilo contiene 90 % en peso de acrilonitrilo y 10 % en peso de acrilato de metilo.

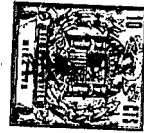
8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho disolvente inorgánico acuoso es tiocianato sódico acuoso al 44 %.

25.

9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho coagulante acuoso es tiocianato sódico acuoso al 12 %.

10.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque dicha solución de hilatura contiene 11 % en peso de polímero.

30.
[Handwritten signature]



413531

11.- Procedimiento para preparar fibras acrílicas porosas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el dibujo adjunto.

Esta Memoria consta de 18 hojas escritas a máquina por una sola cara.

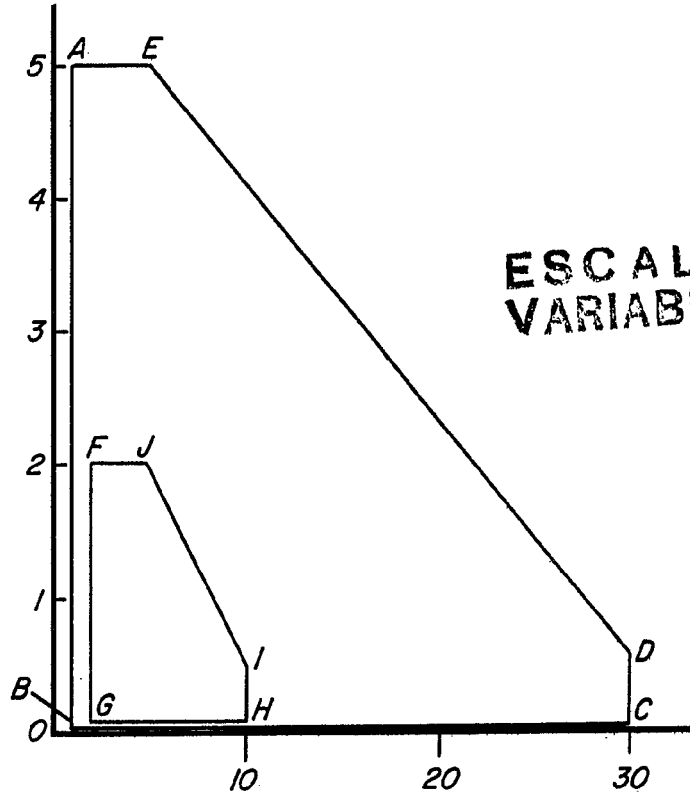
5.

Madrid, 10 ABR. 1973

AMERICAN CYANAMID COMPANY.

J. GÓMEZ ACEBO Y MUÑOZ
p. Elmadol L. Gasta Fernández

413531



Madrid 10 ABR. 1973

J. GOMEZ ACEBU Y CIA. S.A.
Ingenieros L. Garcia Fernandez