

435272

12 MAYO 1975

P.- 59.771

14-53-0014ASP

MEMORIA DESCRIPTIVA

INVA CI.:

D06B 1/00

para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION

a nombre de MONSANTO COMPANY

entidad norteamericana

establecida en 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis,  
Missouri 63166, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA TRATAR UNA MECHA DE FILAMENTOS  
CON UN LICOR DE TINCION CALIENTE"

(Clase Internacional B05C)

## FUNDAMENTO DE LA INVENCION

Se conocen cierto número de filamentos sintéticos de diversos tipos. Estos filamentos se fabrican obligando a una solución de hilatura a pasar a través de una hilera para formar una mecha de filamentos. La mecha se lava y se estira a continuación y se tñe con frecuencia, en una operación continua.

El lavado puede hacerse con la finalidad de eliminar un disolvente de hilatura, eliminar el exceso de tinte después de la operación de tinción o para alguna otra finalidad. Usualmente, la mecha se lava haciéndola pasar a través de un rociado o un baño o haciéndola discurrir a través de una cascada inclinada en un sentido contrario al del flujo de agua de la cascada. Todos estos recursos son ineficaces, de manera que la mecha debe correr a través de la zona de lavado a una velocidad muy baja o la zona de lavado se debe extender en una considerable longitud a lo largo de la línea de tratamiento de mecha. La primera solución reduce el ritmo de producción, en tanto que la última requiere el uso de una cantidad excesiva de espacio, que se podría utilizar mejor para algún otro fin.

La tinción de filamentos hilados húmedos en la forma de gel durante la producción de las fibras elimina varias operaciones de tratamiento necesarias cuando la

fibra se produce en primer lugar y después se tiñe sub-  
siguientemente en masa. La eliminación de estas opera-  
ciones reducía el coste de la fibra teñida, de manera  
que la tinción en estado de gel ofrece una ventaja eco-  
5 nómica real. Sin embargo, los métodos de la técnica an-  
terior de teñir continuamente una mecha de filamentos  
recién hilados, por ejemplo de acrilonitrilo, no han si-  
do enteramente satisfactorios. Algunos de los problemas  
implicados en este recurso son la absorción de tinte ina-  
10 decuada en el espacio limitado y tiempo de contacto prác-  
tico en una línea de hilatura, poca uniformidad de tin-  
ción en los miles de filamentos de una mecha comercial,  
excesivas pérdidas de tinte y el costo y complejidad de  
añadir una operación de tinción continua a la línea de  
15 hilatura.

Con el fin de obtener los mejores resultados  
cuando se estiran o alargan los filamentos, la mecha se  
calienta usualmente de alguna manera y se estira mien-  
tras está caliente. El calentamiento de la mecha se rea-  
20 liza usualmente haciendo pasar la mecha sobre rodillos  
calientes o a través de una cámara de vapor, o por otros  
métodos conocidos. La desventaja de la mayoría de los mé-  
todos conocidos de calentamiento y estiraje de mecha es  
que la operación de calentamiento es ineficaz. O bien la  
25 mecha debe tener un tiempo de permanencia largo en la zo-

na de calentamiento o se deben utilizar temperaturas  
excesivas para elevar la temperatura de los filamentos  
hasta un punto en que puedan ser estirados o alargados.  
Además, es muy difícil, en los procedimiento de estira-  
5 je usuales, calentar los filamentos internos de la me-  
cha a la misma temperatura que los filamentos externos.  
Teniendo esto en cuenta, uno de los objetos de esta in-  
vención es proporcionar un método nuevo y mejorado de  
lavar, teñir y estirar una mecha de filamentos.

10 Otro objeto de esta invención es proporcionar  
un método para lavar una mecha de filamentos de tal ma-  
nera que el tinte o disolvente en exceso sea eliminado  
rápida y eficazmente de la mecha.

Un objeto más de esta invención es proporcionar  
15 un método de lavar una mecha de filamentos continuos de  
tal manera que los filamentos queden completamente lava-  
dos dentro de un tiempo de contacto muy corto.

Un objeto más de esta invención es proporcionar  
un método de aplicar un licor de tinción a una mecha de  
20 filamentos recién hilados de tal manera que la aceptación  
de tinte y la uniformidad de la tinción sean buenas, que  
sean bajas las pérdidas de tinte y que los filamentos se  
tíñan al tono deseado dentro de un tiempo de contacto muy  
corto.

25 Todavía otro objeto de esta invención es pro-

porcionar un método para estirar o alargar una mecha de filamentos continuos de tal manera que todos los filamentos se estiren sustancialmente a la misma temperatura.

5 Los objetos de esta invención se consiguen haciendo pasar la mecha a tratar a través de una zona confinada y obligar a un líquido caliente a pasar transversalmente a través de la mecha a un caudal superior a un valor crítico predeterminado, manteniéndose el líquido a una  
10 temperatura comprendida dentro de un intervalo predeterminado. El caudal al cual se hace pasar el líquido caliente hacia la mecha debe ser al menos tan grande como

$$x = 6.230 t \sqrt{\frac{wN}{h}} \cdot \frac{\mu}{\rho}$$

15 donde x es el caudal de líquido caliente en litros por minuto, t es el espesor de la corriente de líquido caliente, w es la anchura de la zona confinada en cm, h es la altura de la zona confinada en cm, N es el número de filamentos de la mecha,  $\mu$  es la viscosidad del líquido caliente, en kg por metro-segundo, y  $\rho$  es la densidad del líquido caliente en kg por litro.  
20

Otros objetos y ventajas de la invención resultarán evidentes de la siguiente descripción detallada, tomada en relación con los dibujos que se acompañan, en los cuales:  
25

La figura 1 es una vista esquemática en sección transversal de un aparato utilizable en la realización del procedimiento de la presente invención;

5 La figura 2 es una vista en sección transversal tomada a lo largo de la línea 2-2 de la figura 1, que muestra el área en sección transversal de la zona confinada del aparato, a través de la cual se hace pasar la mecha; y

10 La figura 3 es una vista esquemática de una tina o cubeta de descarga utilizada con el aparato de la figura 1 en la realización del procedimiento de la presente invención.

Haciendo referencia ahora en detalle a los dibujos, en ellos se muestra, de una manera más o menos esquemática, un aparato 10 que se utiliza como un dispositivo lavador de mecha un calentador de mecha o un aplicador de tinte para la realización del método de la presente invención. El aparato está hecho de unidades superior e inferior 11 y 12, que son mantenidas en una relación de separación por medio de placas laterales 13, estando las placas laterales 13 aseguradas a las unidades superior e inferior 11 y 12. El espacio 14 existente entre las unidades superior e inferior 11 y 12 forma una zona confinada a través de la cual pasa una mecha 15. La cara inferior 18 de la unidad superior 11 y la cara supe-

15  
20  
25

rrior 19 de la unidad inferior 12 y las caras interiores  
20 de las placas laterales 13 forman la zona confinada  
a través de la cual pasa la mecha 15. En la figura 2  
se muestra de la mejor manera el área en sección trans-  
5 versal de la zona confinada, en la cual  $h$  es la altura o  
espesor de la zona confinada y  $w$  es la anchura de la zo-  
na confinada. El área en sección transversal de la zona  
confinada  $Aw$  será, por lo tanto,  $wh$ .

La unidad inferior 12 está provista de una en-  
10 trada 21, a través de la cual se aplica el líquido calient  
te a la mecha. La entrada 21 se extiende a través de la  
unidad inferior 12 desde una de las placas laterales 13  
hasta la otra. La entrada 21 tiene un espesor de  $2t$ ,  
siendo usualmente  $t$  no mayor que aproximadamente  $10h$ , donde  
15  $h$  es el espesor a la altura de la zona confinada, de  
manera que se concentre el flujo de líquido caliente a  
través de la mecha 15 en un lugar. La unidad superior 11  
está provista de un rebajo o cavidad 22 que recibe el lí-  
quido caliente que pasa a través de la mecha 15 desde la  
20 entrada 21.

La cavidad 22 dirige el líquido caliente de nue-  
vo a través de la mecha en los lugares de salida 23 sepa-  
radas de la entrada 21, en corrientes que tienen un espe-  
sor  $t$ , siendo el valor de  $t$  de preferencia no mayor que  
25 aproximadamente  $10h$ . El valor preferido para la dimensión

t está comprendido dentro del intervalo de 2h a 5h.

El líquido caliente que entra por la entrada 21 pasa a través de la mecha 15 y es dividido en partes sustancialmente iguales que pasan de nuevo a través de la mecha 15 en las salidas 23.

Como se muestra en la figura 3, el aparato 10 está montado sobre una tina o cubeta de descarga 30 que contiene un líquido caliente 31, tal como agua o un licor de tinción usual. Pares separados de rodillos 32 y 33 alimentan la mecha 15 a través del aparato 10 a una velocidad uniforme. Una bomba 34 conectada a la cubeta 30 y a la entrada 21 del aparato 10 bombea el líquido desde la cubeta 30 a través del aparato, por la entrada 21. El líquido que sale del aparato 10 cae de nuevo en la cubeta 30 y es recirculado. Se puede añadir líquido adicional a la cubeta 30 desde un manantial 38 para mantener un nivel uniforme en la cubeta. Una línea de rebosadero 39 desagua el exceso de líquido desde el depósito 30. Unos pares de barras desprendedoras 36, posicionadas en contacto con la mecha, según se muestra en la figura 3, se utilizan para evitar que el líquido fluya a lo largo de la mecha más allá de los bordes de la cubeta 30.

El líquido caliente efectúa una pasada a través de la mecha 15 en cada una de los lugares de salida 23, con un total de dos pasadas en las posiciones o lugares de salida. Puesto que pasa el doble de líquido a través

de la mecha en la entrada 21 como en cualquiera de los lugares de salida, se debe considerar que el líquido efectúa una doble pasada o dos pasadas a través de la mecha 15 en la entrada 21. De este modo, en el aparato  
5 mostrado, el líquido efectúa cuatro pasadas a través de la mecha 15. El líquido caliente se puede desviar en vai vén a través de la mecha tantas veces como se desee. En cada punto en que el líquido pasa a través de la mecha, el líquido debe fluir a un caudal que sea al menos tan grande como

$$X = 6.230t \sqrt{\frac{wN}{h} \cdot \frac{\mu}{\rho}}$$

según se ha señalado anteriormente.

Si el líquido pasa a través de la mecha a un caudal inferior, no se utiliza el procedimiento de la  
15 invención, ya que la mecha no se calentará lo suficiente para estirarse, siendo el lavado ineficaz y aplicándose a la mecha muy poco tinte.

Naturalmente, en un aparato tal como el que se ha descrito anteriormente, una parte del líquido calien  
20 te no pasará completamente a través de la mecha, sino que se desplazará a lo largo de los huecos de la mecha hasta los lugares de salida 23. Puesto que sería muy di  
fícil medir realmente el caudal de líquido en el inte  
rior de la mecha, se desea un modo más fácil de determi  
25 nar si se rebasa el caudal crítico mínimo. Si las dimen-

siones de la entrada o de las salidas se mantienen dentro de los límites indicados anteriormente, el caudal en la entrada 21 se puede comparar con el caudal crítico mínimo

$$5 \quad x = 6.230t \sqrt{\frac{wN}{h}} \cdot \frac{\mu}{\rho}$$

para determinar si se rebasa el caudal crítico mínimo, sin tener en cuenta el caudal real en la mecha o el hecho de que algo de líquido se desplace a lo largo de los huecos de la mecha.

10 La tabla que sigue muestra valores de  $\mu$  y  $\rho$  para agua o un licor de tinción acuoso a diversas temperaturas

	Temperatura °C	kg/ $\mu$ -sec	kg/ $\rho$ litro
	30	8,02 x 10 <sup>-4</sup>	0,997
15	35	7,23 x 10 <sup>-4</sup>	0,996
	40	6,56 x 10 <sup>-4</sup>	0,994
	45	5,99 x 10 <sup>-4</sup>	0,992
	50	5,5 x 10 <sup>-4</sup>	0,990
	55	5,07 x 10 <sup>-4</sup>	0,988
20	60	4,69 x 10 <sup>-4</sup>	0,985
	65	4,32 x 10 <sup>-4</sup>	0,983
	70	4,05 x 10 <sup>-4</sup>	0,980
	75	3,80 x 10 <sup>-4</sup>	0,977
	80	3,56 x 10 <sup>-4</sup>	0,974
25	85	3,35 x 10 <sup>-4</sup>	0,971

Temperatura °C	$K_c/\mu\text{-sec}$	$K_c/\int \text{lítro}$
90	$3,16 \times 10^{-4}$	0,967
95	$2,99 \times 10^{-4}$	0,964
100	$2,83 \times 10^{-4}$	0,960

5                    Los siguientes ejemplos se incluyen para mostrar la eficacia de este procedimiento de lavar mecha en la eliminación de disolvente de filamentos de acrilonitrilo hilados en húmedo. Cuatro dispositivos lavadores (no mostrados), tales como los descritos en lo que antecede, se utilizaron en serie, entrando la mecha recién hilada en el dispositivo lavador A y pasando después a través de los dispositivos lavadores B, C y D en ese orden. Cada dispositivo lavador estaba provisto de su propia cubeta o depósito 30, desde el cual el agua de lavado fue hecha circular a través del dispositivo lavador a un caudal superior al caudal mínimo crítico, según se determinó por la ecuación dada anteriormente.

20                    Fue suministrada agua nueva al dispositivo lavador D desde su manantial 38 y la tubería de rebose 39 del dispositivo lavador D se conectó para alimentar este rebose o exceso de flujo a la cubeta 30 del dispositivo lavador C. El exceso de flujo del dispositivo lavador C fue alimentado al dispositivo lavador D, desde el cual se alimentó el exceso de flujo a la cubeta 30 del dispositivo lavador A. El exceso de flujo del dispositivo lavador A fue

hecho pasar a un sistema (no mostrado) de recuperación de disolvente. El caudal de suministro de agua nueva, que es independiente del caudal de circulación en cada uno de los dispositivos lavadores, se basó en el peso de la mecha que pasaba a través de los dispositivos lavadores y se modificó como se muestra en los ejemplos que siguen.

La mecha se hiló a partir de un copolímero del 93 por ciento de acrilonitrilo y el 7 por ciento de acetato de vinilo, en un baño de hilar del 55 por ciento de dimetilacetamida y el 45 por ciento de agua a 33°C y se condujo desde el baño de hilar al dispositivo lavador A. La mecha que entraba en el dispositivo lavador A contenía aproximadamente el 50 por ciento de dimetilacetamida. La mecha se hizo de 30.000 filamentos, de 3 denier por filamento.

15

#### EJEMPLO I

Se hiló una mecha a un régimen de 273 kg por hora. Los valores dados bajo los encabezamientos A, B, C y D representan la cantidad de disolvente en la mecha que sale de los dispositivos lavadores A, B, C y D, respectivamente.

20

Régimen de alimentación de agua nueva Kg H <sub>2</sub> O/kg de mecha	Disolvente en la mecha % en peso			
	A	B	C	D
5,68	7,44	1,30	0,45	0,25
4,68	7,75	2,35	0,64	0,22

25

EJEMPLO II

Se hiló una mecha a un régimen de 334 Kg por hora. Fue añadida agua nueva al depósito o cubeta 30 del dispositivo levador D a régimen variables y se determinó la cantidad de disolvente en la mecha después de cada dispositivo lavador. Los resultados se muestran en la siguiente tabla:

	Régimen de alimentación de agua nueva Kg H <sub>2</sub> O/kg de mecha	Disolvente en la mecha % en peso			
		A	B	C	D
10	5,63	8,86	2,67	0,85	0,34
	3,77	11,03	3,38	0,84	0,39

La temperatura del agua utilizada para el lavado puede ser de hasta 100°C. La temperatura preferida para lavar filamentos de acrilonitrilo está comprendida dentro del intervalo de 30°C y 70°C.

Este procedimiento puede ser utilizado no sólo para eliminar disolvente de una mecha recién hilada, sino que también se puede utilizar para otro lavado (tal como para la eliminación del exceso de tinte después del proceso de tinción, etc.). La eficacia del lavado, especialmente en un proceso de eliminación de disolvente, resulta insatisfactoria si el caudal a través de la zona de lavado no se mantiene por encima del valor crítico mínimo, según se ha señalado anteriormente.

Quando el procedimiento se utiliza para teñir,

se usa un licor de tinción convencional. Los expertos en la técnica están muy familiarizados con los tintes y las concentraciones de licor de tinción, cuyos tintes son eficaces con diversos tipos de fibras artificiales, etc.

5 El aplicador de tinte se puede situar en cualquier etapa del proceso de hilatura después de la coagulación y antes de secar y aplastar los filamentos. La longitud y dimensiones del aplicador pueden ser variables. La composición del baño de tinte puede ser agua o una mezcla  
10 de disolvente y agua, con o sin sales neutralizadoras, ácidos, agentes retardadores u otros materiales que se usan habitualmente en la tinción. Se puede teñir cualquier fibra hilada en húmedo, hilada en seco u otras fibras hinchadas, con tal de que esté en forma de gel.

15

#### EJEMPLO III

Un copolímero del 93 por ciento de acrilonitrilo y del 7 por ciento de acetato de vinilo, con un  $n_{sp}$  de 0,154 fue disuelto en dimetilacetamida para formar una pasta de hilatura con el 25 por ciento de sólido. Esta pasta  
20 fue extruida a través de una hilera de 1000 orificios, de un tamaño de orificio de 0,076 mm, en un baño de hilar del 55 por ciento de dimetilacetamida y el 45 por ciento de agua, a 30°C. La mecha de filamentos de gel fue impulsada sobre una superficie de polea de guía a 6,1 metros por minuto.  
25 La mecha fue lavada para eliminar la dimetilacetami-

da por medio de un rociado de agua a 50°C durante 15 vueltas en esta polea de guía. A continuación se pasó la mecha a través de un aplicador de tinte tal como el descrito anteriormente y sobre una segunda polea de guía que giraba también a 6,1 m/min. La mecha que entraba en el aplicador tenía más del 300 por ciento de carga de líquido del chorro de lavado. No se aplicó estiramiento a la mecha en el aplicador.

Después de abandonar el aplicador de tinte, la mecha hizo 10 vueltas en una segunda polea de guía, sumergiéndose en un baño de agua cada vez. Este baño de agua eliminaba tinte libre de la mecha.

Se hilaron tres mudadas según se describe a continuación con variaciones en la aplicación de tinte. La mudada 1 utilizó el procedimiento de esta invención usando un aplicador tal como el descrito en lo que antecede. Las mudadas 2 y 3 fueron tenidas durante la inmersión en un baño de inmersión usual, con el flujo del baño en contracorriente con el movimiento de la mecha. En todos los casos se hizo recircular el licor de tinción acuoso desde un depósito de tinte separado. Se utilizó un tinte básico comercial (tal como el vendido bajo la marca comercial "SEVRON RED GL", C. I. Basic Red 13) para las tres mudadas. El licor de tinte era acuoso y estaba a una temperatura de 60°C.

El área en sección transversal del paso en la mecha, o zona confinada, a través del aplicador era de 0,0572 cm cuadrados (0,238 cm por 0,0238 cm). La dimensión t (referida a la figura 1) era de 0,714 cm. El caudal mínimo crítico del licor de tinción a través del aplicador 10, a 60°C, era de 0,17 litros por minuto, de acuerdo con la ecuación:

$$x = 1.000t \sqrt{\frac{wN}{h}} \frac{\mu}{\rho}, \text{ donde}$$

t es 0,714 cm

10 w es 0,238 cm

h es 0,238 cm

N es 1.000

$\mu$  es  $4,69 \times 10^{-4}$

$\rho$  es 0,935

15 El caudal real del licor de tinción a través del aplicador era de 0,795 litros por minuto, superior al caudal crítico mínimo de 0,170 litros por minuto.

El baño de tinción se renovó para cada mudada y se analizó. Después de que la mecha se hubo extendido completamente en la línea de hilatura, se puso en marcha la 20 circulación del baño de tinción. No se añadió alimentación de tinte durante la hilatura, de manera que disminuía la concentración del baño de tinte. La tinción duró 20 minutos en cada mudada. Al final de este tiempo se detuvo la circulación del baño de tinción. Entonces se determinaron la con- 25

centración final y la concentración de tinte en el baño de lavado. La absorción o recepción de tinte en la última parte de la fibra seca se determinó también disolviendo la fibra en un disolvente. Todas las determinaciones del tinte se hicieron por mediciones de absorción en un espectrofotómetro Cary Modelo 14, de una manera bien conocida. La mecha se evaluó visualmente para determinar la uniformidad de la tinción.

Mudada	1 esta inversión	2 baño de inmersión	3 baño de inmersión
10	Aplicador de tinte	convencional	convencional
	Longitud de inmersión, cm	66	102
	Temperatura del baño de tinción, °C	60	60
	Caudal de circulación, litros/min.	0,795	0,795
15	<u>Concentración del baño de tinción</u>		
	Original, %	0,041	0,040
	Después de 20 minutos, %	<u>0,015</u>	<u>0,034</u>
	Disminución	0,026	0,031
	<u>Tinte en la fibra, % en húmedo</u>		
20	Al final de 20 minutos	0,63	0,23
	Relación de absorción: <u>tinte en la fibra</u> / <u>tinte en el baño</u>	45,3	6,7
	Pérdida de tinte en el baño de lavado Después de 20 minutos, gramos	0,002	0,0012
25	Uniformidad de color de la mecha	buena	listada

Dos indicadores para la efectividad de la tinción son la disminución de la concentración del baño de tinción durante 20 minutos de tinción y la relación de absorción de tinte en un tiempo especificado. Ambos muestran que el procedimiento de esta invención proporciona una absorción de tinte mucho mayor, incluso aunque los baños de inmersión convencionales fueran el 54 por ciento más largos. Una comparación de mudadas 1 y 2, donde las concentraciones iniciales del baño de tinción eran iguales, muestra una disminución de 4,3 veces mayor en la concentración del baño de tinción con el uso de este invento. La relación de absorción de tinte era de 6 a 8 veces mayor con el uso de esta invención.

La absorción de tinte en la aplicación del baño de inmersión se puede aumentar yendo a la concentración mayor del baño de tinte, como en la mudada 3, pero las pérdidas de tinte aumentarán proporcionalmente, según se muestra.

El procedimiento de esta invención dió una mecha teñida muy uniformemente, sin diferencias de color de filamento a filamento. Por el contrario, ambas mudada teñidas en el baño de inmersión usual estaban completamente listadas.

#### EJEMPLO IV

Doce partes de un copolímero del 50 por ciento

de acrilonitrilo y el 50 por ciento de metil vinil piridina, se mezclaron con 38 partes de un copolímero del 95 por ciento de acrilonitrilo y el 5 por ciento de acetato de vinilo. La mezcla de polímero resultante se disolvió en dimetilacetamida para formar una pasta de hilatura con el 18 por ciento de sólidos. La metil vinil piridina proporcionó grupos amino que hacían que este polímero se pudiera teñir con tintes ácidos.

Esta pasta se hiló formando una fibra y la mecha fué teñida de acuerdo con la mudada 1 del Ejemplo I, excepto en que la mecha contenía solamente 250 filamentos. El caudal mínimo crítico de licor de tinción, con una mecha de 250 filamentos, era de 0,087 litros por minuto. El caudal real de licor de tinción era de 0,795 litros por minuto. No se aplicó estiramiento a la mecha en el aplicador.

El transporte o carga de líquido de la mecha que entra en el aplicador de tinte era de 380 por ciento. Se utilizó para este ciclo de operación un tinte ácido, el Scarlet, 4RA, C.I. Acid Red 13, número 16255. El licor de tinción se preparó utilizando formato de sodio y ácido fórmico para ajustar el pH a 2,5. Muestras del licor de tinción y de la fibra se tomaron simultáneamente al final del ciclo para efectuar análisis de tinte.

Temperatura del licor de tinción:	50°C
Régimen o caudal de circulación	0,795 litros/min

Tanto por ciento de tinte en el

licor de tinción 0,052

Tanto por ciento de tinte en la fibra 1,53

Relación de absorción:  $\frac{\% \text{ de tinte en la fibra}}{\% \text{ de tinte en el baño}} = \frac{1,53}{0,052} = 31$

5 La uniformidad de color de esta mecha era muy buena.

#### EJEMPLO V

Un polímero de poliacrilonitrilo fue disuelto en dimetilsulfóxido para formar una pasta con el 20 por ciento de sólidos. Esta pasta se hiló transformándola en una  
10 fibra y se hizo una mecha de 250 filamentos, como en el Ejemplo II.

Se utilizó para esta muestra otro material básico de tinte (tal como el comercializado bajo la marca "ASTRAZON YELLOW 7GLL"). Los resultados de la absorción se  
15 muestran a continuación.

Temperatura del baño del tinte	50°C
Caudal de circulación	0,795 litros/min
Tanto por ciento de tinte en la fibra	2,53
Tanto por ciento de tinte en el baño	0,97
20 Relación de absorción	$\frac{2,53}{0,097} = 26$

Se sabe que las fibras de poliacrilonitrilo son muy difíciles de teñir en la tinción con material convencional. Con el procedimiento de esta invención se consiguió una tinción de manera fácil y uniforme en el estado de gel  
25 de la fibra.

## EJEMPLO VI

Se preparó un polímero metacrílico conteniendo el 10,9 por ciento de bromuro de vinilo, el 13,3 por ciento de cloruro de vinilideno, el 1,65 por ciento de sodio p-sulfofenil metilalil éter, el 1 por ciento de estireno y el 67,2 por ciento de acrilonitrilo. Este polímero, con un  $n_{sp}$  de 0,15, fue disuelto en dimetilacetamida para formar una pasta de hilatura con el 23 por ciento de sólidos. La pasta se hiló transformándola en fibra, utilizando condiciones similares a las del ejemplo 2, excepto en que el estiramiento en cascada, que orientaba la fibra, era sólo de 4X.

En este caso, se situó el aplicador de tinte después del estiramiento en cascada con agua en ebullición, en lugar de delante, como en los ejemplos anteriores. La mecha fue movida a continuación a 24 metros por minuto durante la tinción, pero el tiempo de contacto reducido, fue contrarrestado por la reducción de tamaño de los filamentos y el aumento de área superficial. Se utilizó para este ejemplo otro material de tinción básico (tal como el comercializado bajo la marca "DEORLENE BLUE 5G"). Se tomaron y analizaron muestras de baño de tinte y de fibra simultáneamente para analizar la existencia de tinte.

La carga de líquido de esta mecha que entraba en el aplicador de tinte desde la cascada era de 246 por

ciento. En este caso, se le permitió aflojarse o relajarse a la mecha el 2,5 por ciento en el aplicador de tinte.

	Temperatura del baño de tinción	60°C
	Número de filamentos	250
5	Caudal real de circulación	0,795 litros/min
	Concentración acuosa del baño de tinción	0,0294 %
	Tinte en la fibra	1,26
	Relación de absorción	43
	Uniformidad de color de la mecha	buena.

10 El procedimiento de esta invención es eficaz después de la orientación de las fibras.

#### EJEMPLO VII

Un copolímero del 93 por ciento de acrilonitrilo y el 7 por ciento de acetato de vinilo, con un  $n_{sp}$  de 0,154, fue disuelto en dimetilacetamida para formar una pasta de hilatura con el 25 por ciento de sólidos. La pasta fue extruída en un baño de hilar que contenía el 55 por ciento de dimetilacetamida y el 45 por ciento de agua, para formar una mecha de 1.000 filamentos, impulsada sobre una mesga a 5,34 metros/min.

20 Esta mecha fue hecha pasar directamente al aplicador de tinte descrito en el ejemplo I sin lavar para eliminar el disolvente, dimetilacetamida. El licor de tinción tenía la misma composición de disolvente que el baño de hilar. La mecha que entraba en el aplicador de tinte tenía



tilacetamida para formar una pasta de hilatura con el 25 por ciento de sólidos. Esta pasta fue extruída a través de una hilera de 60 orificios con un tamaño de orificio de 0,127 mm, en un baño de hilar de 60 por ciento de dimetil-  
5 acetamida y 40 por ciento de H<sub>2</sub>O, a 30°C. La mecha de 60 filamentos fue estirada a través de una polea de guía a una velocidad de 5,34 metros/min, lavada con agua durante 15 vueltas o pasadas en esta polea de guía, y pasada directamente al aplicador de tinte. La carga de líquido en el baño de tinte  
10 era, en estas condiciones, superior al 230 por ciento en base a la fibra seca. Desde el aplicador de tinte, la mecha fue hecha pasar a una segunda polea de guía cuya velocidad se modificó. La mecha fue también sumergida en un baño de neutralización de 0,5 por ciento de NaHCO<sub>3</sub> por debajo de esta polea  
15 de guía. La mecha fue entonces estirada en 6,0X en una cascada de agua en ebullición, se le aplicó el acabado y se secó la mecha, se rizó y se aflojó como es usual en el proceso de hilatura. El denier final por filamento era en este caso de 15,0.

Se hilaron seis mudadas con variaciones en la temperatura del baño de tinte y en el estiramiento o alargamiento en el baño de tinte. Se utilizó para estos experimentos el material de tinción "Sevron Red GL". Los resultados se tabulan más abajo. Se preparó licoF de tinción nuevo antes  
25 de cada mudada y no se añadió tinte durante el tiempo de 10

minutos del ciclo.				
	1	2	3	4
Mudada	1	2	3	4
Temperatura del prelavado, °C	45	45	45	45
Temperatura del baño de tinción, °C	54	61	70	80
5 Caudal de circulación, litros/min	0,795	0,795	0,795	0,795
Concentración del licor de tinción:				
Original	0,0230	0,0234	0,0230	0,0248
Después de 10 minutos	<u>0,0200</u>	<u>0,0200</u>	<u>0,0192</u>	<u>0,0238</u>
10 Disminución	0,0030	0,0034	0,0038	0,0010
Estiramiento en la zona de secado	1	1	1	1
Uniformidad de color	buena	buena	buena	buena

Estos resultados muestran que se pueden obtener buenas absorción de tinte y uniformidad de color con una temperatura del licor de tinción igual o mayor que la temperatura del prelavado. La absorción de tinte aumenta con el aumento de la temperatura del licor de tinción hasta 70°C, pero disminuye por encima de 80°C.

En los ejemplos siguientes se utilizó un aparato tal como el descrito en lo que antecede para realizar el procedimiento de la invención, con la excepción de que el aparato se hizo más grande para acomodar mechas mayores. El paso confinado a través del aparato tenía una anchura  $w$  de 10 cm y una altura  $h$  de 0,436 cm. El espesor  $2t$  de la corriente del licor de hilatura que incidía sobre la mecha en la entrada 21

era de 2,86 cm, en tanto que la dimensión t era de 1,43 cm. Se utilizó un licor de tinción convencional, bien conocido para los expertos en la técnica. El caudal crítico mínimo del licor de tinción a través de la mecha se determinó de acuerdo con la ecuación indicada anteriormente.

EJEMPLO IX

Con el fin de determinar la eficacia de la tinción en las fibras de acrilonitrilo, a diversas temperaturas, se efectuaron ciclos de trabajo a diversas temperaturas, bajo las condiciones indicadas en lo que sigue. La tinción fue realizada sobre filamentos recién hilados en estado de gel antes de secar y aplastar.

Condiciones

Composición de polímero	93 por ciento de acrilonitrilo 7 por ciento de acetato de vinilo
$n_{sp}$ del polímero	0,16
Disolvente-sólidos del polímero	dimetilacetamida -25%
Temperatura del baño de hilar	35°C
20 Estiramiento en el aplicador	1
Composición del baño de hilar	55% de dimetilacetamida/48% de agua

25

	Temperatura del licor de tinción	Velocidad de la mecha a través del aplicador, metros/min	Uniformidad de la tinción
	30	5,5	Aceptable
	40	5,5	Buena
5	50	5,5	Excelente
	60	5,5	Excelente
	70	8,24	Excelente
	80	8,24	Excelente
	90	8,24	Aceptable
10	100	8,24	Listada

Los siguientes ejemplos ilustran el uso del proceso en el estiramiento de la mecha.

#### EJEMPLO X

Un copolímero de 93 por ciento de acrilonitrilo, 7  
15 por ciento de acetato de vinilo, fue hilado en un baño de  
hilar constituido por el 55 por ciento de dimetilacetamida  
y 45 por ciento de agua. La mecha formada estaba constituí  
da por 40.000 filamentos, de 3 denier por filamento. La me-  
cha fue extraída de un baño de hilar, lavada para eliminar  
20 la dimetilacetamida y después hecha pasar a través de un  
aparato tal como el descrito en lo que antecede. Se hizo re  
circular agua a una temperatura de 100°C a través del apa-  
rato a un caudal superior al caudal crítico mínimo, según  
se determinó por la ecuación indicada anteriormente. La me-  
25 cha fue alimentada a la zona de estiramiento a una velocidad

de 8,1 metros por minuto y extraída a una velocidad de 40,4 metros por minuto, dando una relación de alargamiento de 5 a 1. No se observaron filamentos rotos.

#### EJEMPLO XI

5 Fue repetido el Ejemplo I utilizando temperaturas de agua de 50°C, 60°C, 70°C, 80°C, 90°C, 100°C, 102°C, 104°C, 106°C y 108°C, con el fin de terminar el intervalo de temperaturas en el cual se podía realizar el estiramiento o alargamiento de la mecha. Las temperaturas superiores a 100°C se consiguieron construyendo el aparato de  
10 tal manera que el agua caliente efectuaba 20 pasadas a través de la mecha con el fin de obtener una contra-presión suficiente para elevar la temperatura del agua por encima de 100°C. Se encontró que, con el fin de obtener un alargamiento 4X; la temperatura del agua tenía que ser de al menos 80°C. De preferencia, la temperatura del agua fue mantenida en un valor superior a 90°C.  
15

Nó es necesario que el fluido de calentamiento sea agua cuando se alarga o estira la mecha. Por ejemplo, el fluido calentado puede ser etilén glicol, polietilén glicol u otros alcoholes de elevado punto de ebullición. La ventaja de utilizar uno de estos líquidos es que se pueden utilizar fácilmente temperaturas superiores a 100°C.

25

## REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Introducción, por DIEZ años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento para tratar una mecha de filamentos con un licor de tinción caliente, caracterizado por: (1) hacer avanzar una mecha a través de una zona confinada y (2) obligar al líquido caliente a pasar transversalmente a través de la mecha en la zona confinada a un caudal al menos tan grande como  $\lambda$ , donde

$$x = 6.230 \sqrt{\frac{wN}{h}} \frac{\mu}{f}$$

en la que  $\lambda$  es el caudal del líquido en litros por minuto,  $t$  es el espesor de la corriente de líquido, en cm,  $w$  es la anchura de la zona confinada, en cm,  $h$  es la altura de la zona confinada, en cm,  $N$  es el número de filamentos,

$\mu$  es la viscosidad del líquido, en kg/metro-segundo  
 $f$  es la densidad del líquido, en kg/litro;

y el licor de tinción está a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 30°C a 100°C y los filamentos están en el estado de gel.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª,

caracterizado porque la mecha está compuesta de filamentos de acrilonitrilo.

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la mecha está compuesta de filamentos modacrílicos.

4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el licor de tinción obligado a pasar a través de la mecha es desviado para pasar de nuevo a través de la mecha en una pluralidad de lugares a lo largo de la mecha.

5ª.- Un procedimiento para tratar una mecha de filamentos con un licor de tinción caliente.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid,

12 MAYO 1975

P.A.

Fernando de Lizaburu  
Por Poder

20

25

29-4-75 CAL.

- 30 -

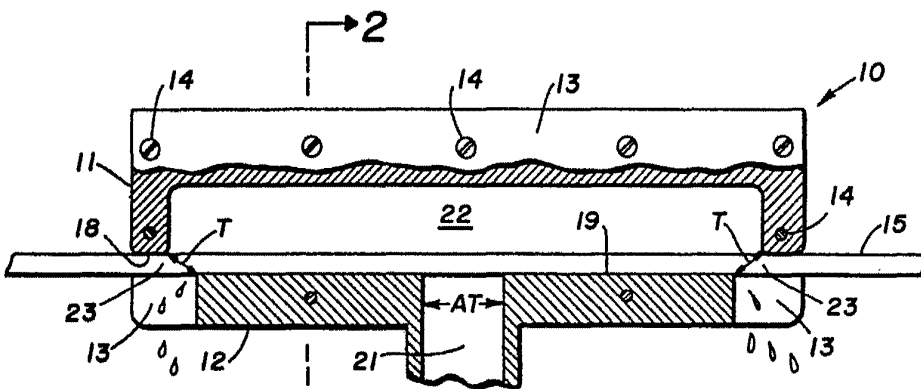


FIG. 1.

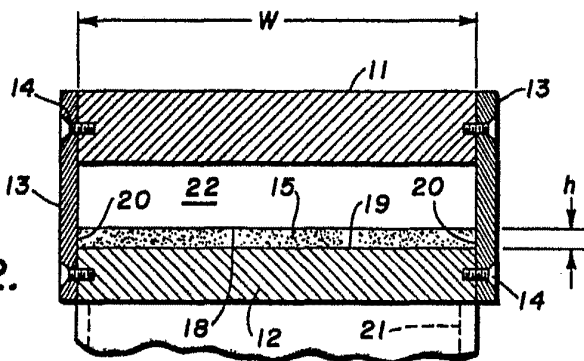


FIG. 2.

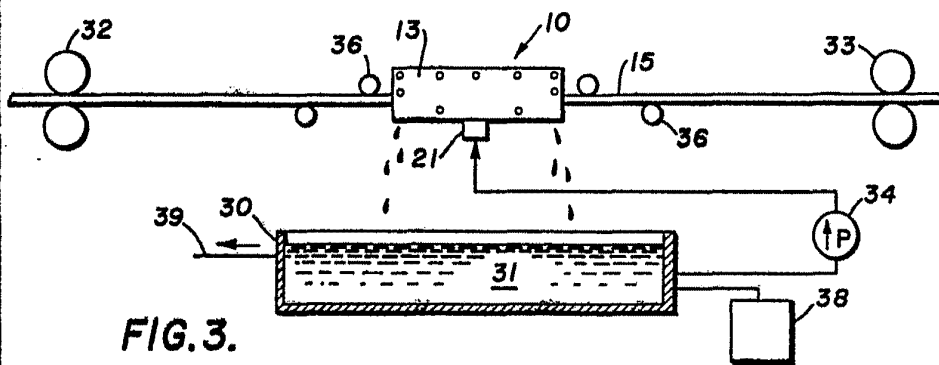


FIG. 3.

Patented by Monsanto  
For Food