



ESPAÑA

24 ABR. 1978²⁰ ES

NUMERO	761615	10	AI
FECHA DE PRESENTACION	16 AGO 1977	23	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
714.461	16 de Agosto de 1.976	EE.UU.de A.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D 01 D	

54 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA FORMAR FILAMENTOS DE POLIPIRROLIDONA.

71 SOLICITANTE (ES)

CHEVRON RESEARCH COMPANY,

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

575 Market Street, San Francisco, California 94105, EE.UU.de A.

72 INVENTOR (ES)

A Charles Tanquary-

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

La polipirrolidona (nylon-4) puede hilarse en fibras que posean propiedades útiles. El polímero se obtiene mediante la polimerización catalizada con alcalis de la 2-pirrolidona (véase la patente U.S.A. 3.721.652) y se hila en filamento mediante extrusión desde hileras de orificos múltiples. La hilatura en fundido se lleva a cabo por extrusión del polímero en estado fundido, pero a las temperaturas de fusión el polímero tiende a degradarse y a convertirse en monómero. Otros diversos procesos de hilatura pueden aplicarse, al menos teóricamente, al hilado de polipirrolidona, pero ellos dependen de la extrusión de una solución polímera. En una hilatura en seco, una solución de polímero se extrusiona dentro de una zona caliente en la que el disolvente se evapora y desde la que se recogen los filamentos. En una hilatura en húmedo, una solución de polímero se extrusiona dentro de un baño líquido en el cual el disolvente se separa al menos parcialmente del filamento y desde el cual se recogen los filamentos. La hilatura en húmedo se realiza a temperaturas más bajas que el hilado en fundido, y, normalmente a temperaturas substancialmente inferiores a las del hilado en seco. En el proceso poco empleado de la hilatura en hueco, una solución del polímero conteniendo un diluyente volátil se extrusiona dentro de una zona caliente. El diluyente volátil se evapora en el "hueco" existente entre la hilera y el baño líquido. Normalmente, cantidades substanciales de disolvente y diluyente son separadas del filamento en el baño líquido y a continuación se recoge el filamento. Los procesos de hilatura en seco, hilatura en húmedo e hilatura en hueco, se refieren aquí como "hilatura en solución". Importantes artículos sobre el hilado de los polímeros formadores de fibras pueden encontrarse en "Man-Made Fibers, Science and Technology", volumen 1 H.F. Mark y otros. Editoria, Interscience Publ., New York.

Las patentes U.S.A. 2711398 y 3060141 revelan la hilatura de la polipirrolidona partiendo de soluciones de meta-cresol ó ácido fórmico y soluciones de ácido fórmico acuoso respectivamente. La Patente U.S.A. 2734043, muestra la dilución de las soluciones en ácido fórmico de polipirrolidona formadoras de fibras, con ácidos alifáticos y cloroalifáticos. Las Patentes U.S.A. 2.980.641, 3.003.984, 3.033.810 y 3.042.647 revelan soluciones de hilatura en húmedo de polipirrolidona que comprenden ácido fitico, tricloronitropropanol, cloruro férrico y fenol clorado, respectivamente. Las Patentes 3.076.774 y 3.24.061 informan sobre la hilatura en seco de la polipirrolidona partiendo de soluciones acuosas preparadas a base de agua supercalentada a 120° - 180°C.

Según la presente invención se proporciona un proceso para la conformación de filamentos de polipirrolidona, caracterizado porque comprende extruir a través de una hilera una solución que comprende polipirrolidona, ácido fórmico y un diluyente volátil.

Al practicar esta invención, la polipirrolidona de elevado peso molecular puede hilarse fácilmente en filamentos sin degradación de su peso molecular. Las fibras obtenidas mediante el hilado en solución de polipirrolidona de elevado peso molecular según la presente invención, tienen viscosidades inherentes de 2,0 dl/g. ó más. Las fibras hiladas en fundido, tienen, históricamente, viscosidades inherentes de 1,0 dl/g aproximadamente, sin tener en cuenta el peso molecular inicial de la polipirrolidona. Las soluciones ácidas acuosas también son susceptibles de degradar el polímero. Las fibras hiladas en solución de la presente invención no poseen una viscosidad inherente similar a la de la resina inicial de polipirrolidona, sino que también muestran una resistencia sorpren-

dente a la fibrilación. La composición utilizada en la presente invención puede también emplearse para la extrusión en solución de películas, tubos y otros artículos.

5 La composición formadora de filamentos en cuestión comprende polipirrolidona, ácido fórmico como disolvente y un diluyente volátil. La composición formadora de las fibras puede llevarse a un hilado en filamentos autosustentadores, tales como filamentos que posean la suficiente resistencia a la tracción para ser recogidos, secados, tensados, orientados por estirado, rizados, fijados térmicamente y tejidos en textiles útiles. La composición se caracteriza por una viscosidad en masa, bajo condiciones de hilado, que resulta adecuada para la formación de filamentos auto-sustentadores, más concretamente, por una viscosidad en masa, a 20°C, de 100 - 10.000 poises aproximadamente y preferentemente de 1.000 - 5.000 - poises. La viscosidad en masa se mide con el viscosímetro Brookfield (20° - 22°C).

10

15

La polipirrolidona es una resina blanca, sólida, que posee una viscosidad inherente superior a 1,0 dl/g. aproximadamente, y preferentemente superior a 1,5 dl/g. aproximadamente. El disolvente es ácido fórmico. Las soluciones que contienen solamente ácido fórmico y polipirrolidona no parecen que resulten fáciles de hilarse en solución para obtener fibras aceptables, debido a que el extruido tiende a pegarse a la hilera y a producir fibras débiles.

20

25

El diluyente volátil es un líquido que resulta completamente miscible con la solución de polipirrolidona al 5% en peso o más de diluyente volátil, basado en el peso total de la composición. El diluyente volátil tiene un punto de ebullición normal de 15° - 75°C aproximadamente. Tales di-

30

luyentes volátiles incluyen cloruro de metileno cloroformo y cloruro de etilo.

El cloruro de metileno (diclorometano) es el diluyente volátil preferido. Preferentemente, la solución formadora de fibras es razonablemente estable por un período de tiempo sin degradación de la polipirrolidona o disminución de su viscosidad en masa y sin precipitación. Ordinariamente, la solución se forma mediante la mezcla de ácido fórmico y diluyente volátil, seguido de la adición de polipirrolidona, debido a que las soluciones viscosas de polipirrolidona son difíciles de mezclar con el diluyente volátil. El cloruro de metileno es preferible, entre otras razones, porque es miscible con las soluciones de polipirrolidona en una amplia gama de contenidos en cloruro de metileno y posee un efecto sorprendentemente pequeño sobre la viscosidad en masa de una solución de ácido fórmico/polipirrolidona cuando es sustituida por ácido fórmico. Por ejemplo, una solución de ácido fórmico/polipirrolidona (un 20% de polipirrolidona de un peso molecular promedio en peso de 110.000 aproximadamente) tiene una viscosidad en masa de 850 poises y la sustitución de la mitad del ácido fórmico con cloruro de metileno, en una base en peso, modifica la viscosidad en menos de un 10%. Por otra parte, la sustitución de la mitad del ácido fórmico por agua, reduce la viscosidad a menos de la cuarta parte de su valor en forma de solución de ácido fórmico. Más aún, las soluciones en agua/ácido fórmico de polipirrolidona pierden viscosidad al almacenarse por un período de tiempo, incluso de un sólo día. Esto debe producirse por la hidrólisis ácida del polímero. Las soluciones en cloruro de metileno/ácido fórmico de polipirrolidona, por otra parte, resultaron ser tan estables como las soluciones en ácido fórmico de polipirrolidona.

Otra de las ventajas que surgen del empleo de un diluyente volátil en una solución de polipirrolidona es la de que la viscosidad en masa de la solución aumenta rápidamente a medida que lo hace el porcentaje en peso de sólidos en la solución. Puesto que la hilatura de las soluciones de polipirrolidona se facilita grandemente si la viscosidad de la solución aumenta rápidamente a medida que el filamento sale de la hilera, es conveniente emplear un diluyente volátil que se separe rápidamente de la solución ya sea calentando el filamento o lavándolo en un baño líquido adecuado. La separación del diluyente volátil aumenta rápidamente la viscosidad en masa de la solución para proporcionar un filamento auto-sustentador que es de fácil recogida.

La composición preferida formadora de filamentos de la presente invención comprende aproximadamente de un 5 a un 4% en peso de polipirrolidona sólida (esto se refiere al contenido en "sólidos" ó nivel de la solución), de un 30 a un 90% aproximadamente en peso de ácido fórmico y de un 5 a un 60% aproximadamente en peso de un diluyente volátil. Preferentemente, el contenido en sólidos es de un 10 a un 30% aproximadamente en peso. Adicionalmente, estas soluciones tendrán una viscosidad en masa de 100 - 100.000 poises, preferiblemente de 1.000 - 5.000 poises aproximadamente. Las soluciones de preferencia son las soluciones de polipirrolidona/ácido fórmico/cloruro de metileno de una viscosidad formadora de filamentos. Generalmente, estas soluciones pueden contener menores, aunque eficaces, cantidades de anti-oxidantes, estabilizadores térmicos y ultra-violeta, colorantes ó pigmentos, blanqueadores, ignifugos, deslustradores, y otros polímeros tales como poliolefinas o poliamidas o copolímeros. En la solución puede estar presente una menor cantidad de agua, menos del 5% en peso, y preferiblemente menos del 1% aproximadamente. Las

composiciones de hilatura en solución de esta invención también comprenden otros ingredientes menores que proporcionan anisotropía a la solución, ó una orientación mayor al filamento no estirado ó estirado, ó un mayor módulo inicial, tenacidad, etc. La cantidad total de estos ingredientes menores no rebasará generalmente el 10% en peso de la composición formadora de filamentos basado en el peso total de la composición.

La viscosidad específica del aditivo hilador, el punto de ebullición del diluyente volátil, la composición específica del aditivo hilador y las proporciones relativas de polipirrolidona, diluyente volátil y ácido fórmico, se han dado en sus porcentajes preferidos. Se comprenderá que éstos parámetros no presuponen limitar la hilatura, ya que puede lograrse una hilatura satisfactoria para ciertos fines fuera de los porcentajes de preferencia, ó suministrar condiciones críticas para la formación de soluciones anisótropicas, ó fibras mejor orientadas, ó fibras de un mayor módulo inicial ó tenacidad, etc.

El proceso de hilatura consiste básicamente en la extrusión de una solución formadora de filamentos a través de una hilera y la recogida del filamento o filamentos. Preferentemente, se toman medidas durante la recogida de los filamentos para lavarlos y/o secarlos del disolvente y del diluyente volátil. Los filamentos se tensan preferentemente y se orientan al menos parcialmente por secado durante y/o después de su recogida.

La temperatura de la solución durante la hilatura no es crítica salvo que la viscosidad en masa de la solución dependa de la temperatura y deban mantenerse las condiciones de formación de filamentos. Además, una ventaja importante del hilado en solución es la de su utilidad para

un hilado a baja temperatura y a temperaturas muy inferiores a las necesarias para un hilado en fundido. En consecuencia, la hilatura a temperaturas de solución de 20° - 150°C y preferentemente 20°C - 40°C es preferible, si bien la operación fuera de estos límites puede ser conveniente para ciertos fines. En un modo preferente de realización de la invención, el filamento extrusionado se deja en contacto con un baño líquido después de abandonar el orificio de la hilera. El baño tiene la finalidad de separar cantidades sustanciales de disolvente y diluyente volátil del filamento, sin debilitar sus propiedades traccionales. El agua, o incluso los alcoholes, no son los líquidos preferidos para este fin. Se prefieren los ésteres de alquilo inferior de ácidos alcanóicos y alquilcetonas. Los ésteres de alquilo inferior de ácidos alcanóicos tales como formato de metilo, acetato de metilo, formato de etilo, propionato de butilo, acetato de hexilo, etc. y mezclas de los mismos, son los más preferidos. La temperatura del baño será normalmente la temperatura ambiente y estará por debajo del punto de ebullición del baño líquido, preferentemente de 20° - 150°C, y mejor aún de 25 - 90°C aproximadamente. La duración del baño y el tiempo de inmersión son normalmente los seleccionados para una separación conveniente y eficaz del diluyente y del disolvente volátil, y para el completo perfeccionamiento de las propiedades filamentosas.

En un modo preferente de realización de la invención, el filamento extrusionado pasa a través de una zona de secado relativamente caliente antes de que entre en contacto con el baño líquido. La zona de secado tiene la finalidad de volatilizar el diluyente, incrementando por tanto el contenido en sólidos y la viscosidad del filamento antes de que éste penetre en el baño líquido. El calor se suministra al filamento en la zona de secado por cualquier medio adecuado que

incluya calor radiante y/o corrientes de aire caliente aplicadas al filamento mientras se mueve a través de una columna de calentamiento. La temperatura en el paso filamentoso puede ser del orden del punto de ebullición aproximado del diluyente volátil, aunque debido a la volatilización del diluyente la temperatura del filamento no será normalmente tan alta. Después de dejar la zona de secado, el filamento se deja en contacto con el baño líquido, como se describió antes, y es recogido para su ulterior procesado.

En los modos de realización de hilatura en seco, en húmedo ó en hueco, la duración del baño líquido, el punto de ebullición del fluido del baño líquido, el tiempo de inmersión, el estirado descendente en el baño, la longitud de la zona de secado y su temperatura, la relación de la longitud de la hilera al diámetro del orificio, etc., son cuestiones a elegir dentro del objetivo de lograr una mejora total de las propiedades del filamento y del hilo para un fin particular y para un aditivo de hilatura especial.

Además de las composiciones de polipirrolidona, es de esperar que puedan conformarse e hilarse otras soluciones formadoras de filamentos de otros nylons de alto punto de fusión y de absorbedores de conformidad con la presente invención empleando polipéptico (derivado del nylon-2), poli-beta-alanina (nylon-3), poliazatidinonas (derivados del nylon - 3), poli-1,4-butilensuccinamida (nylon-4) y polipiperidona (nylon-5) en lugar de polipirrolidona.

El ejemplo 1 ilustra el rápido aumento de viscosidad de la composición de hilatura que se produce por la pérdida de diluyente de la composición. El ejemplo 2 demuestra la estabilidad de una composición de hilatura de la presen

te invención.

EJEMPLO 1

Una solución conteniendo 12% de un peso de polipirrolidona (peso molecular promedio en peso 305.000), 44% de ácido fórmico y un 44% de cloruro de metileno, posee una viscosidad en masa de 1.000 poises aproximadamente. La separación de todo el cloruro de metileno proporciona una solución conteniendo un 21% de polipirrolidona y un 79% de ácido fórmico. La viscosidad de esta solución se estimó por extrapolación en unos 100.000 poises.

EJEMPLO 2

Porciones de polipirrolidona (110.000 de peso molecular) que tiene una viscosidad inherente de 2,52 dl/g (medida a partir de una solución de 0,5 g de polímero/dl, a 30°C, en un 88% de ácido fórmico) fueron disueltas en ácido fórmico sólo y en una mezcla 1:1 en peso de ácido fórmico y cloruro de metileno. Después de envejecer durante varios días; se colaron películas a partir de las soluciones envejecidas. Las películas se secaron durante toda la noche y entonces se midieron sus viscosidades inherentes. La película a base de la solución de ácido fórmico (2,42 dl/g) y la solución 1:1 ácido fórmico/cloruro de metileno (2,41 dl/g) presentó alguna diferencia en la viscosidad inherente con respecto a la del polímero original (2,52 dl/g). Unas pruebas de estabilidad de mayor duración, indican que a diferencia de las soluciones ácidas acuosas de nylon-4, las soluciones de nylon-4 en cloruro de metileno/ácido fórmico siguen siendo útiles para hilar fibras aceptables incluso después de 14 días. En una de las pruebas, la viscosidad inherente del polímero descendió ligeramente de 3,73 a 3,59 dl/g. en dicho período de tiempo.

Los ejemplos 3 y 4 muestran procesos de hilatura en seco.

EJEMPLO 3

5 Polipirrolidona de peso molecular promedio en peso de 110.000 se mezcló con una mezcla 50/50 en peso de disolvente/diluyente de ácido fórmico/cloruro de metileno. La solución formadora de filamentos tenía un nivel de sólidos del 23% y una viscosidad en masa de 2.000 poises aproximadamente. Una parte de la solución se cargó en un depósito de alimentación de 130 ml y fué obligada a pasar mediante nitrógeno a presión (7 Kg/cm²) a través de una empaquetadora en forma de tamiz (tamices de malla 40 y malla 250) y de una hilera (orificio único con un diámetro de 0,254 mm). Desde la hilera el monofilamento pasó delante de un calentador radiante de 1.100 vatios en una distancia de unos 61 cm. La temperatura a lo largo de la zona de secado del filamento fué de 120°C. aproximadamente. No se presentaron dificultades a la hora de recoger el monofilamento de alrededor de 350 denier.

EJEMPLO 4

20 En otros experimentos de hilatura en seco se instaló una devanadora Modelo 955 Leesona a unos 91 cm desde la guí de la fibra y una columna de calentamiento (5 cm x 61 cm) fué instalada debajo de una hilera con orificio de 0,51 mm. La Tabla I enumera diversas soluciones de hilatura hiladas en seco bajo las siguientes condiciones. Las condiciones del proceso consisten en una temperatura de columna de 130°C, una presión de alimentación de nitrógeno de 0,7 - 1,4 Kg/cm² y velocidades de recogida de 2,1 a 3 metros/minuto. El monofilamento no estirado se secó durante 48 horas antes de comprobar

sus propiedades traccionales que incluyen, por ejemplo, una tenacidad de 0,84 g/d (gramos/denier) y un factor de tracción de 20,5 para un filamento de 94 denier hilado a partir de la solución del ejemplo 4c.

5 TABLA I

	<u>Polipirrolidona Peso molecular</u>	<u>Sólidos % en peso¹</u>	<u>Viscosidad en Masa, poi ses</u>
Ejemplo 4a	152.000	19,0	1.600
Ejemplo 4b	225.000	17,5	2.900
Ejemplo 4c	305.000	13,5	2.000

10 ¹ - Polipirrolidona en ácido fórmico/cloruro de metileno 50/50 en peso.

15 Los Ejemplos 5 y 6 representan el empleo de agua y de un ester de alquilo inferior de un ácido alcanóico, respectivamente como un baño fluido en el hilado en húmedo. Las Tablas II y VI representan las excelentes propiedades traccionales obtenidas a partir de fibras estiradas de polipirrolidona producidas mediante hilatura en solución según la presente invención.

EJEMPLO 5

20 Cuando la solución formadora de filamentos del Ejemplo 3 se extrusionó directamente en agua a unos 65°C aproximadamente, el cloruro de metileno se evaporó enérgicamente y la estructura filamentosa se deshizo. La masa de polímero se mostró débil y opaca. Cuando la misma solución
25 se extrusionó en agua a 35°C, el cloruro de metileno no se eva-

poró tan rápidamente y el filamento retuvo su forma, si bien era realmente débil como antes.

EJEMPLO 6a-b

5 (a) En otra serie de experimentos, por otro lado similares a los de hilatura en seco del Ejemplo 4, las soluciones formadoras de filamentos se extrusieron desde una hilera a un baño de acetato de etilo. Rápidamente se formaron unos filamentos resistentes. Resultados similares fueron obtenidos con baños a temperatura ambiente y con baños a 10 30°C. (b) Una solución formadora de filamentos conteniendo un 15,5% en peso de polipirrolidona (peso-molecular de 295.000), 38% en peso de ácido fórmico y 46,5% de cloruro de metileno, se extrusió desde una hilera con 10 orificios (orificios de 15 0,508 mm de diámetro). Se dosificó la extrusión con una bomba que funcionaba a 7 rpm (revoluciones por minuto). El filamento se sumergió en un baño de acetato de etilo de 137 cm. El multifilamento fué arrastrado sobre una carrete de cristal, funcionando a 3 metros por minuto y a continuación se le dió seiscvuelatas entorno a un par de carretes metálicos, calenta- 20 dos a 50°C y funcionando a 4,1 metros por minuto. Las madejas de hilo se secaron durante toda la noche a la temperatura ambiente en vacío y posteriormente se orientaron por estirado 3X a 175°C. La Tabla II proporciona las propiedades traccionales de este multifilamento.

25 TABLA II

Propiedades traccionales del Multifilamento de Polipirrolidona hilado en húmedo.

Denier	Resistencia g/d (gramos/denier)	Alargamiento a la rotura %	Factor trac cional	Modulo Inicial g/d (gra- mos/de- nier)
1.003 no estirado	0,66	165	8	4
235 esti rado	3,2	11	11	27
325 esti rado	3,2	10	10	27

5 El siguiente ejemplo ilustra el proceso de hilatura en hueco del nylon-4.

EJEMPLO 7

10 Un depósito de 500 ml se cargó con la solución formadora de filamentos descrita en el Ejemplo 6b. La solución se envió a presión por medio de nitrógeno a $9,8 \text{ Kg/cm}^2$ (ejemplo 7a) ó a 14 Kg/cm^2 (Ejemplo 7b) desde el depósito a una bomba de engranajes Zenith. La solución se bombeó a través de una empaquetadura en forma de tamiz de acero inoxidable de malla 40 y malla 250. Se extrusionó un monofilamento a través de una hilera con un orificio de 0,508 mm (7a) ó con un orificio de 0,152 mm (7b) y a continuación se dejó pasar verticalmente cerca de dos (7a) ó tres (7b) juegos de luces de rayos infra-rojos de 250 vatios. Las luces se colocaron a unos 6,4 cm del paso de la fibra.

20 La temperatura en el paso de la fibra fué de 120°C (7 a) ó de 200°C (7b). A 61 cm por debajo de la hilera se introdujo al monofilamento en una arlesa de 114 cm conteniendo

do acetato de etilo. El filamento pasó a través del baño, en torno a un carrete de cristal, sobre un primer par de carretes metálicos sin calentar y finalmente dió varias vueltas en torno a un par de carretes metálicos calentados a 100°C. Las muestras de fibra se recogieron en una devanadera Leesona. Las madejas de hilo se secaron durante 12 horas al vacío para separar el ácido fórmico y el acetato de etilo remanentes. Las variables del proceso se han enumerado en la Tabla III y las propiedades traccionales de la fibra se proporcionan en la Tabla IV. Cada dato de la Tabla IV es la media de 10 experimentos. Las fibras estiradas presentan excelentes valores de resistencia, módulo inicial y factor de tracción (raíz cuadrada del porcentaje de alargamiento a la rotura por tenacidad).

TABLA III

Proceso de hilatura en huesco

Ejemplo	7a ¹	7a ²	7b ¹	7b ²
Peso molecular x 10 ⁻³	295	295	295	295
Orificio de hilera, en mm	0,508	0,508	0,152	0,152
Presión del nitrógeno en Kg/cm ²	9,8	9,8	14	14
Temperatura de la columna en °C	120	120	200	200
Velocidad de la bomba, rpm	5	7	1,5	1,5
Carrete de cristal, m/min	3,2	9,5	13,7	15,5
Primeros carretes, m/min	3,7	9,5	14,9	17,4
Segundos carretes, m/min	6,4	18	15,2	19,8
Sección transversal del filamento	arriño nada	arriño nada	circu- lar	circu- lar

TABLA IV

Propiedades traccionales de las fibras hiladas en hueco

Ejemplo	Estirado a 175°C	Denier	Resistencia g/d	Alargamiento a la rotura, %	Factor traccional	Módulo inicial g/d
7a ¹	no estirado 3 x	80 27	0,87 3,40	220 27	13,0 16,5	15,5 27,0
7a ²	no estirado	76	0,88	243	13,7	9,8
7b ¹	no estirado	52	1,05	297	17,	9,0
7b ¹	3 x	16	4,21	20	19,0	29,2
7b ²	no estirado	44	1,21	264	19,7	10,0
7b ²	3 x	14	4,91	16	19,6	44,5

5

10

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.

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para formar filamentos de polipirrolidona, caracterizado porque comprende extruir, a través de una hilera, una solución que comprende polipirrolidona, ácido fórmico y diluyente volátil.

10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de polipirrolidona en la solución es del 5 al 40% en peso, la cantidad de ácido fórmico es del 30 al 90% en peso y la cantidad de diluyente volátil es del 6 al 60% en peso.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la cantidad de polipirrolidona en la solución es del 10 al 30% en peso.

15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizado porque el diluyente volátil es cloruro de metileno.

20 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la cantidad de polipirrolidona existente en la solución es de un 12 a 23% en peso y la relación de ácido fórmico con respecto al cloruro de metileno es de 1:1 en peso, aproximadamente.

25 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución posee una viscosidad en masa de 1.000 a 5.000 poises aproximadamente.

pe

7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los filamentos se retiran de la hilera y se sumerjen en un baño líquido.

5 7. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el baño líquido está formado de un ester de alquilo inferior de un ácido alcanóico.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el baño líquido comprende una cantidad principal de acetato de etilo.

10 10. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el baño líquido comprende una cantidad principal de acetato de metilo.

15 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, caracterizado porque los filamentos se retiran de la hilera para colocarse dentro de una zona de secado relativamente caliente y porque seguidamente, se sumerjen en el baño líquido.

20 12. "Procedimientos para formar filamentos de polipirrolidona", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 17 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

16 AGO. 1977

Madrid
CHEVRON RESEARCH COMPANY,

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO
p. p. Firmado: Alejandro Callo López

pas