



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 31380 B1** (51) Cl. internationale : **D01F 1/04; D01F 6/38; D06M 11/63**
- (43) Date de publication : **03.05.2010**

-
- (21) N° Dépôt : **32350**
- (22) Date de Dépôt : **17.11.2009**
- (30) Données de Priorité : **19.04.2007 IT MI2007A000807**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/EP2008/002875 09.04.2008**
- (71) Demandeur(s) : **MONTEFIBRE S.P.A., Via Marco d'Aviano, 2 I-20131 Milan (IT)**
- (72) Inventeur(s) : **SALVIO, Giuseppe ; GONZATO, Carlo ; TEDESCO, Raffaele ; BATTLE MARTI, Juan**
- (74) Mandataire : **ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)**

-
- (54) Titre : **PROCÉDÉ DE FABRICATION DE FIBRE DE POLYACRYLATE UNIFORMÉMENT TEINTE, ANTI-FEU ET À FAIBLE ÉMISSION DE FUMÉES TOXIQUES, ET FIBRES ACRYLIQUES AINSI OBTENUES.**
- (57) Abrégé : L'INVENTION PORTE SUR LA FABRICATION DE FIBRE DE POLYACRYLATE UNIFORMÉMENT TEINTE, À L'ÉPREUVE DU FEU ET FAIBLE ÉMISSION DE FUMÉES TOXIQUES. LA FABRICATION CONSISTE À DISSOUDRE UN COPOLYMÈRE D'ACRYLONITRILE DANS UN SOLVANT CONTENANT UN PIGMENT ORGANIQUE ; À TRAITER LA SOLUTION POUR PRODUIRE UNE FIBRE ACRYLIQUE PIGMENTÉE ; ET À SOUMETTRE LA FIBRE PIGMENTÉE À UN TRAITEMENT DE RÉTICULATION, D'HYDROLYSE, D'ACIDIFICATION ET DE NEUTRALISATION.

RESUME

L'invention porte sur la fabrication de fibre de polyacrylate uniformément teinte, à l'épreuve du feu et faible émission de fumées toxiques. La fabrication consiste à dissoudre un copolymère d'acrylonitrile dans un solvant contenant un pigment organique ; à traiter la solution pour produire une fibre acrylique pigmentée ; et à soumettre la fibre pigmentée à un traitement de réticulation, d'hydrolyse, d'acidification et de neutralisation.

03 MAI 2010

n° 32350

du 17.11.2009

31 380

PCT/EP2008/002875

**PROCÉDÉ DE FABRICATION DE FIBRE DE POLYACRYLATE UNIFORMÉMENT
TEINTE, ANTI-FEU ET À FAIBLE ÉMISSION DE FUMÉES TOXIQUES, ET FIBRES
ACRYLIQUES AINSI OBTENUES**

La présente invention concerne un procédé pour la production de fibre de polyacrylate anti-feu à faible émission des fumées toxiques, uniformément teinte.

Plus spécifiquement, la présente invention concerne un procédé pour la production de fibre de polyacrylate anti-feu à faible émission de fumées toxiques, uniformément teinte, et à la fibre ainsi obtenue.

Les fibres acryliques commerciales d'un copolymère sont utilisées dans les domaines traditionnels de textile tels que l'habillement, le linge de maison, le parquet, etc. ou dans le domaine des stores extérieures. La fibre acrylique d'un homopolymère, moins diffuse, est utilisée pour renforcer le béton, pour la filtration des fumées, etc...

Comme connu, il y a également de divers genres de post-traitements de la fibre acrylique qui la modifient entièrement, la transformant en produits qui sont chimiquement très différent de la fibre initiale et ayant de nouvelles propriétés.

Le type le mieux connu de post-traitement est celui qui transforme la fibre acrylique en fibre oxydée anti-feu, après la cyclisation thermique du groupe CN, ou en fibre de carbone par le traitement thermique suivant l'oxydation et à des températures élevées, utilisées dans les matériaux composites à haute performance, telles que la résistance mécanique et thermique élevée.

D'autres types de post-traitements des fibres acryliques ont été étudiés et utilisés pour donner de nouvelles et intéressantes propriétés à la fibre telle que la résistance au feu ou l'absorption de quantités considérables d'eau.

Ces derniers types de traitement comprennent la transformation des groupes CN en amide et des groupes carboxyliques par des réactions chimiques extrêmement énergiques et dans des conditions peu communes. Ces formes de traitement peuvent créer des produits avec les caractéristiques désirées sans recourir à la production des polymères qui est difficile à manipuler et chère.

Une séquence de traitement des fibres acryliques a été connu pendant un certain temps, par exemple, d'abord avec de l'hydrazine, suivie d'une hydrolyse alcaline des groupes CN, d'une neutralisation suivante avec des acides forts et finalement d'un traitement avec des sels de zinc, des sels de calcium, des sels de cuivre, etc... Après ces modifications, le produit final est une fibre avec une valeur L.O.I. (index d'oxygène limitant) supérieure à 40%, qui ne fond pas, et ne libère pas de fumées.

Les propriétés présentées par la fibre après cette série de traitement sont certainement d'intérêt commercial, par exemple, pour les vêtements de protection, dans des conditions extrêmes d'exposition du feu, ou pour l'ameublement textile dans les environnements dans lesquels la résistance au feu et l'absence des fumées toxiques est essentielle (avions, trains, navires de transport de passagers, etc...).

Malgré ces qualités positives, cependant, ce genre de fibre a une diffusion très limitée sur le marché et est limité à la production des tissus non-tissés à utiliser dans les matériaux multicouches comme barrière au feu. La raison de cette faible diffusion commerciale peut être trouvée dans le faible aspect esthétique de la fibre qui est rose ou, une fois teinte, présente des couleurs fortement irrégulières, ce qui découragent son utilisation dans les

produits finaux visibles produits, par exemple, dans l'industrie des vêtements (combinaisons de travail) ou l'ameublement (couvertures des sièges).

La raison de cette irrégularité de teinture se situe dans la composition chimique irrégulière et les emplacements de teinture dus à l'après traitement.

Le constance de pression des groupes acides puissants, normalement du type sulfonique, qui doit être garanti sur la fibre si un colorant uniforme doit être obtenu, sans rayage, est connu, par exemple, aux producteurs des fibres acryliques traditionnelles.

La plupart des plaintes auxquelles un producteur de fibre acrylique doit faire face se rapportent à l'uniformité de la teinture.

Pour garantir cette uniformité du comportement dans la phase de teinture, la fibre doit avoir une variation des emplacements de teinture pas plus haut que 5% et cette valeur est assurée par la constance du poids moléculaire du polymère, si un catalyseur redox du type de persulfate-bisulfite est utilisé, ou par le dosage correct du co-monomère sulphonaté, du type MASS (Methallyle Sulfonaté de Sodium), si des catalyseurs du type azobisisobutyronitrile AIBN sont adoptés.

Dans la séquence des réactions chimiques qui, à partir d'une fibre acrylique commerciale mènent à une fibre de polyacrylate, tous les groupes CN sont modifiés : d'abord par la réaction d'une partie aliquote de ces groupes, s'étendant de 20 à 60%, avec de l'hydrazine pour une réticulation inter- ou intramoléculaire, et ensuite par l'hydrolyse alcaline des résidus de CN aux groupes amidiques et carboxyliques.

La neutralisation suivante avec un acide fort, l'acide sulfurique par exemple, mène à la quaternisation des groupes d'azote et d'amide, rendant la fibre appropriée pour être teinte avec les colorants pré-métallisés 1:1.

En réalité, le traitement chimique est effectué en lots, sur un équipement de teinture traditionnel, en plaçant la fibre dans un panier perforé, et en circulant les réactifs à travers la fibre dans la séquence : réaction à l'hydrazine, hydrolyse alcaline, neutralisation avec un acide fort, teinture avec les colorants pré-métallisés 1:1, salification avec de l'acétate de zinc.

L'inconvénient principal de ce procédé classique est que la fibre obtenue peut avoir une variabilité inacceptable dans la composition chimique, après ce traitement.

Une première variable est présentée par la perméabilité irrégulière de la fibre à l'intérieur du panier, avec une distribution non homogène conséquente des groupes CN modifiés.

Un autre élément qui dérange l'homogénéité surgit pendant la phase d'hydrolyse alcaline. Dans cette phase, la formation des groupes carboxyliques mène à un énorme gonflement de la fibre qui devient comme une gélatine, de façon analogue à ce qui se produit avec des polymères super-absorbants. La fibre, dans cette phase, tend à augmenter mais est empêchée par le fait qu'elle est bloquée à l'intérieur du panier.

La masse gélatineuse rend la circulation du liquide de réaction difficile, et ceci exalte la composition chimique irrégulière de la fibre encore plus. Pendant cette phase, en fait, les groupes CN qui n'ont pas réagi avec d'hydrazine passent par l'hydrolyse alcaline d'abord à l'amide et plus tard au carboxyle.

La phase suivante se compose d'une réaction d'acidification avec de l'acide sulfurique, par exemple, des groupes carboxyliques. La fibre, à travers cette opération, perd son aspect gélatineux et redevient une fibre normale, non gonflée par l'eau.

Une autre fonction de l'acide est de quaterniser les groupes d'amide et d'azoture responsables des propriétés de teinture de la fibre. Certains des groupes carboxyliques sont salifiés plus tard en partie avec des ions métalliques, tels que le zinc, par exemple.

D'après ce qui précède, on peut comprendre qu'il est difficile de garantir une uniformité de teinture de la fibre polyacrylique.

Il n'est évidemment pas possible d'utiliser, comme précurseur, une fibre acrylique teinte au moyen de colorants de base traditionnels, comme ceux-ci ne sont pas capables de résister à la série de traitement chimique envisagée.

Le demandeur a maintenant constaté qu'il est possible de surmonter tous les inconvénients de l'art connu en utilisant une fibre acrylique déjà teinte en masse avec des colorants organiques sélectionnés, capable de rester inchangés avec le traitement chimique envisagée pour modifier la composition chimique de la fibre en polyacrylate réticulé.

Avec l'utilisation de colorants particuliers, il est possible d'obtenir une fibre de polyacrylate également avec des couleurs foncées, ce qui n'a pas été possible jusqu'ici, en raison à la basse concentration des emplacements teintables sur la fibre de polyacrylate.

L'utilisation des fibres acryliques teintées avec des colorants donne une autre occasion comme, étant exempte de problèmes de teinture, la réaction peut être dirigée afin de favoriser d'autres propriétés fondamentales des fibres de polyacrylate, telles que les caractéristiques mécaniques, la dureté et l'élongation finale, aussi bien que des propriétés de résistance au feu.

L'utilisation de la fibre pigmentée comme précurseur de fibres de polyacrylate, réduit le temps de traitement par plus de trois heures, augmentant la productivité du procédé.

Un objet de la présente invention se rapporte donc à un procédé pour la production de la fibre de polyacrylate anti-feu à faible émission de fumées toxiques, uniformément teinte, comportant :

- a. dissoudre un copolymère d'acrylonitrile, par exemple l'acétate d'acrylonitrile-vinyle, dans un solvant, par exemple l'acétamide diméthylque, dans un rapport de poids s'étendant de 90/10 à 99/1, par exemple 93/7, et ayant un nombre moyen de poids moléculaire M_n s'étendant de 35.000 à 65.000, par exemple environ 50.000 unités atomiques ;
- b. disperser dans la solution polymère obtenue, seulement ou dans une combinaison, selon la couleur finale désirée, des colorants organiques du type : Orange 43 (perinone), Bleu 60 (indantrone), Bleu 15:1 (Phtalocyanine de cuivre), Jaune 24 (flavantrone), Jaune 109 (tetrachloroisoindolinone), Vert 36 (phtalocyanine), Rouge 149 (pérylène), Vert 7 (phtalocyanine), Noir 7 (noir de charbon), etc.. afin d'avoir une concentration finale totale du colorant s'étendant de 0,5 à 3,5% en poids ;
- c. traiter le mélange de copolymère acrylique/pigment pour produire une fibre acrylique pigmentée comme brin ou filasse ;
- d. soumettre la fibre acrylique pigmentée à une étape de réticulation au moyen d'un soluté d'hydrate d'hydrazine ;

e. soumettre la fibre réticulée à une étape d'hydrolyse alcaline ; f. soumettre la fibre réticulée/hydrolysée au traitement avec un acide fort ; et

g. salifier la fibre finale avec du sel organique de métal.

A la fin du procédé de la présente invention, une fibre de polyacrylate uniformément teinte est obtenue avec un L.O.I. (index d'oxygène limitant) supérieur à 37%.

Selon la présente invention, la fibre acrylique pigmentée peut être utilisée sous forme de brin ou de filasse, prenant en considération la variation dans la longueur qui se produira sur le brin et le doublage du titre sur la filasse à la fin du traitement.

En particulier, une solution avec une concentration s'échelonnant de 23 à 28% du poids des solides, à 25,5% par exemple, d'un copolymère d'acétate d'acrylonitrile/vinyle dans un rapport de 93/7 avec la dispersion des quantités désirées de colorants, décrites ci-dessus, est alimentée avec une pompe à engrenages et avec un débit de volume de 23,5 cm³/min, à une matrice de 1.000 trous, chaque trou ayant un diamètre de 52 microns. La matrice est immergée dans un bain de coagulation contenant une solution d'eau /acétamide diméthylque dans un rapport de 1:1 à une température de 50°C.

La corde de filasses coagulées est extraite du bain de coagulation par une paire de roulements à un taux de 6,15 m/min.

La fibre est simultanément lavée avec de l'eau déminéralisée pour enlever le solvant et passée à travers un réservoir contenant l'eau bouillante, pour être étiré en un rapport de 6,5:1 par une deuxième paire de roulements ayant un taux périphérique de 40 m/min.

Après l'étirage, la fibre est immergée dans une cuve dans laquelle un mélange de finition, ayant des propriétés lubrifiantes et antistatiques, est chargé en continu. A la sortie du réservoir de finition, la corde des fibres est collectée sur une paire de roulements ayant un taux périphérique de 40 m/min en de différents enroulements et chauffée avec de la vapeur jusqu'à une température de 160°C. La corde de fibre ainsi obtenue à un titre pour chaque filament de 1,5 dtex et est collectée sur des bobines.

Des écheveaux sont préparés à partir des bobines obtenues selon les procédures décrites ci-dessus, dans divers enroulements ayant un diamètre d'un mètre, et sont traités dans un autoclave avec de la vapeur saturée, à une pression relative de 1,7 barre. La fibre subit un rétrécissement de 30% par rapport à la longueur initiale et le titre de chaque filament devient 2,0 dtex.

La fibre traitée dans l'autoclave, uniformément teinte avec les couleurs désirées, a les caractéristiques suivantes :

titre	2,0 dtex
dureté	32,5 CN/Text
élongation finale	35%

En ce qui concerne les couleurs qui peuvent être utilisées pour la fibre acrylique teinte avec des colorants solides, les exemples des produits peuvent être ceux décrits dans le nuancier de Leacril OD de Montefibre, parmi lesquels :

Noir	N034 - N039
Bleu	B069 - B109 - B112 - B115
Rouge	R035 - R042 - R089
Vert	V005 - V006 - V034
Brun	M113 - M074 - M560
Jaune	G028 - G043 - G033

Une fois que la fibre acrylique pigmentée a été obtenue, elle peut être traitée pour la rendre anti-feu. Cette étape du procédé, objet de la présente invention, commence par l'étape (d), selon laquelle la fibre pigmentée est réticulée avec un soluté d'hydrate d'hydrazine à une concentration s'échelonnant de 5 à 25%, de préférence à partir de 7 à 20% (poids d'hydrate d'hydrazine par rapport au volume de l'eau). La réticulation est effectuée à la pression atmosphérique, ou légèrement supérieure, à une température s'étendant de 70 à 150°C, de préférence de 80 à 120°C.

Après qu'une période suffisamment longue pour avoir une réticulation, inter- et/ou intramoléculaire, supérieure à 20%, par exemple de 25 à 60%, par rapport au nombre total des groupes CN contenus dans la chaîne polymère de l'homopolymère de polyacrylonitrile, la fibre est traitée avec un soluté alcalin, étape (e), par exemple avec une solution d'hydroxyde de soude (NaOH) et/ou du potassium, ayant une concentration de 1 à 8%, de préférence de 3 à 6% (poids/volume). Le traitement avec la solution alcaline a lieu à la pression atmosphérique, ou légèrement supérieure, et à une température s'étendant de 70 à 120°C, de préférence de 80 à 110°C. Le traitement avec la solution alcaline est effectué pendant des périodes s'étendant de 90 à 150 minutes, de préférence entre 100 et 130 minutes.

Le troisième traitement anti-feu, l'étape (f), comporte le mouillage des fibres avec un acide inorganique fort, par exemple un acide sulfurique, nitrique, phosphorique ou chlorhydrique, dilué dans l'eau. Les concentrations préférées s'échelonnent de 2 à 10%, par exemple de 3 à 8% (poids/volume). Les fibres restent en contact avec l'acide pendant une période s'étendant de 40 à 90 minutes, de préférence entre 50 et 70 minutes. Cette étape est également effectuée à la pression atmosphérique, ou légèrement supérieure, mais à des températures s'étendant de 40 à 80°C, de préférence de 50 à 70°C.

En fin, la dernière étape de traitement anti-feu, l'étape (g), comporte la salification des groupes acides présents sur la fibre avec du sel métallique, de préférence un sel organique de métal. Ce traitement est effectué avec un soluté contenant 1 à 8% du sel organique, de préférence un sel organique de métal. Ce traitement est effectué avec un soluté contenant de 1 à 8% de sel organique, de préférence de 2 à 5% (poids/volume), fonctionnant à une température s'étendant de 80 à 120°C, de préférence de 90 à 110°C, avec un temps de contact s'étendant de 30 à 90 minutes, de préférence de 45 à 70 minutes.

Les exemples desdits sels organiques sont le formiate et/ou l'acétate de zinc.

A la fin du traitement anti-feu, les fibres sont abondamment lavées avec de l'eau chaude, centrifugées et probablement traitées avec un produit de finition pour éliminer les frais électrostatiques et pour donner une douceur de sensation.

Un exemple d'illustration et non restrictif est donné ci-dessous pour une meilleure compréhension de la présente invention et son mode de réalisation.

EXEMPLE

La filasse de la fibre acrylique pigmentée, qui peut être transformé en brin sur une machine de découpage, est produit sur l'équipement industriel selon les procédures décrites ci-dessus et en pré dispersant les colorants mentionnés ci-dessus, individuellement ou dans un mélange, pour reproduire la couleur désirée.

Pour les fins d'illustration, les colorants mentionnés ci-dessus sont dispersés dans la solution du copolymère d'acétate d'acrylonitrile/vinyle à 25,5% en acétamide diméthylque, dans une telle concentration de manière à la couvrir le fond de couleur rose/orange que la fibre brute acquerrait en raison de sa nouvelle composition chimique, par suite au traitement de réticulation - hydrolyse - salification.

Les lots de fibre ont été produits, par exemple, dans différentes couleurs, la plupart du temps foncées, pour couvrir la base à couleur rose dérivant du traitement chimique, et en utilisant un colorant pré dominant dans les concentrations présenté dans le Tableau I :

Tableau I

Pigment (Indice de couleur)	Concentration du pigment sur la fibre (%)	Couleur de la fibre
Bleu 15:1	1,78	Bleu turquoise
Bleu 60	1,42	Bleu marine
Jaune 24	0,92	Jaune
Rouge 149	1,39	Rouge clair
Orange 43	1,5	Orange
Vert 7	2,3	Vert foncé
Noir 7	2,3	Noir foncé

300 kilogrammes d'une filasse de fibre pigmentée, avec un titre de filament de 2,0 dtex et un titre de filasse de 100 ktex, sont chargés dans un panier perforé de 1.000 litres, avec du mouillage simultané et de la pression afin d'obtenir une densité d'emballage de la fibre de 0,30 kg/1.

Le panier est placé dans un réservoir de réaction de 2.000 litres équipé d'une pompe de circulation, en lequel le débit unitaire et la fréquence de fonctionnement peuvent être programmés, et un enroulement de chauffage/refroidissement pour le liquide de réaction.

Le réservoir est rempli avec de l'eau et une quantité d'hydrate d'hydrazine afin d'avoir une concentration dans la phase liquide de 15% (poids/volume).

La solution est apportée à 105°C et la pompe de circulation est maintenue en fonction pendant 5 heures.

A la fin de la réaction, la solution réagie d'hydrate d'hydrazine est déchargée (concentration de 9,7% égale à 0,30 kg d'hydrate d'hydrazine par 1 kg de fibre) par un échangeur frais pour apporter la température de la solution à environ 50°C.

Une solution de soude est alors chargée dans une telle quantité de manière à avoir une concentration de 5% (poids/volume) dans la phase liquide. La solution est chauffée à 100°C et la pompe de recyclage est mise en fonction pendant 120 minutes.

A la fin de la réaction, une solution de 6% (poids/volume) d'acide sulfurique est chargée, le mélange est chauffé à 60°C et est mis à réagir avec la circulation de la solution pendant 60 minutes.

En fin, la solution d'acide sulfurique est déchargée et le mélange est lavé avec de l'eau désionisée, pendant trois cycles, à une température de 50°C afin d'effacer les sels de sulfate d'ammonium et de sulfate d'hydrazine formés. 127 kg d'acétate déshydraté de zinc sont chargés ainsi que 16,8 litres d'acide acétique glaciale, la solution entière est chauffée à 100°C et est gardée sous la circulation pendant 60 minutes.

A la fin de la réaction, la solution est déchargée et lavée avec un cycle d'eau à 50°C.

L'eau de lavage est déchargée, le panier est extrait à partir du réservoir de réaction, il est alors transféré à une centrifugeuse pour éliminer l'excès d'eau.

Après le drainage de la plupart du liquide d'excès, une solution de finition est alimentée, contenant une finition cationique dans une telle quantité de manière à ce que la concentration de ce produit dans la fibre finale est plus de 0,5% (poids/poids).

Après centrifugation, la fibre est extraite et séchée dans un four d'air chaud.

Les caractéristiques de la fibre finale sont indiquées dans le tableau II suivant.

Tableau II

Paramètre	Unité de mesure	Valeur
Titre	dtex	4,0
Dureté	CN/tex	18,0
Elongation finale	%	25,5
L.O.I.	%	37,5

REVENDEICATIONS

1. Un procédé pour la production d'une fibre de polyacrylate anti-feu à faible émission de fumées toxiques, uniformément teinte, comportant :

- a. dissoudre un copolymère d'acrylonitrile dans un solvant ;
- b. disperser au moins un colorant organique dans la solution polymère obtenue ;
- c. traiter le mélange de copolymère acrylique/pigment pour produire une fibre acrylique pigmentée comme brin ou filasse ;
- d. soumettre la fibre acrylique pigmentée à une étape de réticulation au moyen d'un soluté d'hydrate d'hydrazine ;
- e. soumettant la fibre réticulée à une étape d'hydrolyse alcaline ;
- f. soumettre la fibre réticulée/hydrolysée au traitement avec un acide fort ; et
- g. salifier la fibre finale avec du sel organique de métal.

2. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel le solvant de l'étape (a) est l'acétamide diméthylque.

3. Le procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le copolymère d'acrylonitrile est un copolymère d'acétate d'acrylonitrile/vinyle avec un rapport de poids entre les monomères s'étendant de 90/10 à 99/1 et ayant poids moléculaire moyen M_n s'étendant de 35.000 à 65.000.

4. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la concentration du copolymère d'acrylonitrile dans la solution s'étend de 23 à 28% en poids.

5. Le processus selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le colorant organique est sélectionné parmi la perinone, l'indantrone, la phtalocyanine de Cu, le flavantrone, le tétrachloroisoindolinone, le perylène, les phtalocyanines, le noir de charbon.

6. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la concentration totale finale du colorant organique s'étend de 0,5 à 3,5 en poids.

7. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de réticulation (d) est effectuée avec un soluté d'hydrate d'hydrazine à une concentration s'étendant de 5 à 25%.

8. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de réticulation (d) est effectuée à une température s'étendant de 70 à 150°C.

9. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape d'hydrolyse alcaline (e) est effectuée avec un soluté alcalin à une concentration s'étendant de 1 à 8%.

10. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape d'hydrolyse est effectuée à une température s'étendant de 70 à 120°C.

11. Le processus selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de neutralisation acide (f) est effectuée au moyen d'un acide inorganique, dilué dans l'eau, à des concentrations s'étendant de 2 à 10%.
12. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de neutralisation est effectuée à une température s'étendant de 40 à 80°C.
13. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de salification (d) est effectuée avec un soluté d'un sel organique de zinc à une concentration s'étendant de 1 à 8%.
14. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de salification est effectuée à une température s'étendant de 80 à 120°C.
15. Une fibre de polyacrylate anti-feu à faible émission de fumées et uniformément teinte, qui peut être obtenues avec le procédé selon l'une quelconque des réclamations précédentes.
16. Tissus et tissus non-tissés préparés avec au moins la fibre de la revendication 15.