

209846

P - 11.012.-

Pos. V.G.F. 789 Sp.--

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



1955

209846

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN, A.G., entidad alemana, establecida en Wuppertal-Elberfeld, Alemania, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION, PARA LA HILATURA, DE POLIESTERES AROMATICOS CONDENSADOS EN DISOLVENTES, LOS CUALES HAN SIDO FORMADOS A PARTIR DE ACIDOS DICARBOXILICOS AROMATICOS O SUS DERIVADOS, Y GLICOLES ".-

Si se efectúa la condensación, en muy determinados disolventes, de ácidos dicarbónicos, o respectivamente de sus derivados, con glicoles, para formar poliésteres aromáticos, se obtiene el poliéster en forma de



polvo, al enfriar la solución diluída.

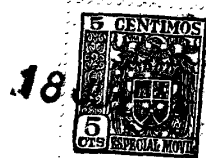
El poliéster encierra entonces, según las condiciones de la reacción reinantes, o respectivamente según la clase del disolvente empleado, todavía grandes cantidades de disolvente. Tratándose de disolventes empleados para la policondensación, todos ellos, sin excepción, tienen un alto punto de ebullición, es decir, 250° y más. El punto de ablandamiento del poliéster que sirve de base, se halla en 247,5 a 249°. Se desprende de ello, que no es posible una separación cuantitativa del disolvente, con elevado punto de ebullición, del policondensado sólido o fundido, por un sencillo calentamiento. Se elimina, por lo tanto, el disolvente contenido en el policondensado, sometiéndolo además a un tratamiento previo. Así, por ejemplo, se puede fundir por los medios corrientes un bloque del policondensado que contiene el disolvente. De este bloque, que se va enfriando lentamente, se obtienen recortes, eliminándose el disolvente en ellos contenido, bien mediante extracción o bien mediante destilación. No obstante, se producen en ambos casos recortes porosos, que para la subsiguiente hilatura por fusión acarrean trans tornos en la hilatura. Ello es debido, a que los recortes, a causa de su estructura porosa, encierran aire, lo que repercute desfavorablemente sobre el producto, tanto durante la fusión, como también durante el tratamiento posterior para producir hilos, etc., puesto que la condensencia son roturas de hilos y otros trastornos durante el hilado.

209846



Antes a esto, se procede de acuerdo con el invento de tal modo, que el poliester que contiene el disolvente, es expulsado por lo pronto en forma de cinta la cual se enfría, luego se corta, y después se calientan los recortes en el vacío dentro de un recipiente cerrado a temperaturas de 180 - 240°. Los poliesteres conteniendo disolvente, pueden encerrar en este caso hasta 40% en peso de disolvente, con relación al peso total del poliester. Pero también otros poliesteres con un contenido de disolvente esencialmente menor, son todavía apropiados para la fabricación de una cinta. Lo más favorable para la elaboración de las cintas, es que los poliesteres contengan 25 - 30% en peso del disolvente. Se vierten en agua fría o sobre superficies enfriadas. De acuerdo con la rapidez del proceso de enfriado brusco, se obtienen entonces o bien cintas amorfas, o bien cristalinas, o bien cristalinas opacas, que están rodeadas de una película dura, más pobre en disolvente. Esta película impide la penetración de agua en el interior de la cinta, y facilita con ello el calentamiento subsiguiente. Resulta sorprendente, que tales poliesteres, que contienen disolvente, puedan fundirse para obtener cintas, que se caracterizan por su solidez y flexibilidad extraordinarias, de modo que pueden arrollarse sin inconveniente, así como prepararse como fibra cortada de acuerdo con los métodos conocidos. Esta fibra cortada es introducida a continuación en un recipiente, en el cual es posible, gracias a medias especiales, calentarla uniformemente. Para ello se han insertado en el recipiente, siempre a distancias de 5 cm. superficies permuta-

209846



5
10
15
20

doras de calor, bien sea verticales u horizontales, que aseguran una rápida e intensa penetración del calor en los recortes del poliester. La disposición de las superficies permutadoras de calor se realiza de modo, que el disolvente que sale de los recortes, pueda acumularse en el fondo del recipiente, que se halla cerrado por un tamiz, siendo conducido desde allí a una instalación refrigeradora. En el mismo punto se monta convenientemente también el vacío. Con objeto de evitar que los recortes se tornen amarillentos a causa de la influencia del aire, se hace entrar desde la parte superior del recipiente un gas inerte, por ejemplo, nitrógeno. Entonces será preferible una disposición vertical de las superficies permutadoras de calor. El punto de fusión de los recortes, que contienen disolvente, es, naturalmente, algo más bajo, que el del poliester puro, es decir, de aproximadamente 190° . El recipiente es calentado lentamente, una vez cerrado y lleno de recortes, hasta llegar a los 100° , se produce a continuación un vacío de aproximadamente 20 mm., preferiblemente de 5 - 10 mm. y se sube entonces la temperatura hasta 210° , todo lo más, no obstante, hasta 240° , en la medida a la que salga el disolvente de los recortes.

25

Es igualmente posible, someter por lo pronto los recortes a una extracción previa con alcohol metílico, benzol, acetona y similares, de acuerdo con los métodos conocidos, después de lo cual se aplica el secado según el invento.

El hecho de que los recortes secos se encojan



mucho formando una masa compacta, y de que los disolventes de elevado punto de ebullición se separen cuantitativamente del poliéster a las temperaturas empleadas en un espacio de tiempo relativamente corto, es sorprendente. Había que esperar, en realidad, que se formasen masas porosas, que contuvieran aire, las cuales no pudieran ser liberadas del disolvente cien por cien en dicho tiempo, y con las temperaturas empleadas. Los recortes obtenidos, están completamente exentos de disolvente, encogidos y no encierran tampoco - debido a no tener puntos porosos - aire alguno que pudiera acarrear trastornos durante el tratamiento posterior. Una vez eliminado el disolvente se dispone de recortes procedentes de cintas amorfas, que son transparentes. Pueden utilizarse inmediatamente para la manufactura posterior en forma de hilos, etc.

E J E M P L O 1.

30 kg. de un poliéster que contenga disolvente, compuesto de 75 partes en peso de un polietilente-reftalato de alto peso molecular (viscosidad relativa de una solución al 1% en cresol = 1,74), y 25 partes en peso de -metilnaftalina, se moldean bajo exclusión de nitrógeno a una temperatura de 230° mediante expulsión por una tobera de 5 mm. de diámetro interior y enfriado brusco inmediato en agua fría, para formar un cordón flexible, en forma de fideo. El producto es cortado en recortes cortados de 4 - 5 mm. de largo, introduciéndose en un secador



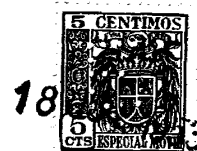
vertical (de 1 m. de alto y 50 cm. de diámetro), que se
halla cerrado por arriba y por abajo con sendas tapas que
cierran de modo estanco. La tapa superior está provista
de una válvula de regulación fina, para hacer entrar una
5 débil corriente de nitrógeno. La tapa inferior está uni-
da a un refrigerador y a una prolongación, que se hallan
conectados a una bomba de vacío de aceite rotativa. La
cámara de secado está equipada por dentro con cámaras ca-
lefactoras verticales, calentadas por líquido, entre las
10 cuales se encuentran los recortes con un espesor de capa
de 5 cm. El espacio de carga es de 35 l. La cámara se
calienta, una vez expulsado el aire de ella por medio de
nitrógeno, hasta 180°, siendo evacuada por la entrada si-
multánea de una débil corriente de nitrógeno, hasta alre-
15 dedor de 10 mm. de columna de mercurio, con lo cual el di-
solvente contenido en la fibra cortada, sale en chorro
presuroso, acumulándose en la prolongación. La temperatu-
ra de la cámara se va aumentando lentamente hacia el fi-
nal de la separación del disolvente hasta 220°, con lo
20 cual en el periodo de secado total de 6 horas, son elimi-
nados los últimos restos del disolvente.

Los recortes que salen una vez enfriados
hasta alrededor de 100°, encogidos y compactos, es polie-
tilentereftalato puro con puntos de fusión de 247,5 a 249°.

25

E J E M P L O 2.

Se procede análogamente al ejemplo 1, si bien



con recortes, que contienen 30% en peso de difeniloxido.

La eliminación del disolvente se realiza a temperaturas de 170 a 240° C. Para llegar a esta temperatura, se va calentando poco a poco. La duración del secado es de 7 $\frac{1}{2}$ horas, el vacío es de unos 25 mm. Con ello se eliminan los últimos restos del disolvente de la fibra cortada, que entonces representa polietilentereftalato puro, con un punto de fusión de 247 - 249°.

EJEMPLO 3.

20 kg. de un poliéster, formado por condensación en disolvente de ácido tereftálico y butadiol, se tratan en forma de recortes con un contenido de 16,5% de defenilmetano, análogamente al ejemplo 1. Las temperaturas se suben en este caso hasta 130 a 190°, el vacío importa 12 mm. de columna de mercurio. Los recortes producidos, encogidos y compactos, están completamente exentos de disolvente, y pueden ser utilizados inmediatamente para la hilatura por fusión.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania con fecha 28 de Agosto de 1.952, bajo el número V. 4902 IVc/29b, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- ooo O ooo -



- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1ª.- Un procedimiento para la preparación de poliésteres aromáticos, condensados en disolvente, para la hilatura, que fueron formados de ácidos dicarbónicos aromáticos, o respectivamente de sus derivados y glicoles, caracterizado porque se funde el policondensado, que contiene disolvente, para formar cintas, las cuales son enrolladas bruscamente y cortadas, calentándose los recortes a temperaturas por debajo del punto de fusión, o respectivamente del punto de sinterización, preferentemente entre 10 180 - 240, dentro de un recipiente cerrado, en el vacío y en presencia de un gas inerte.

15 2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque los recortes son extractados previamente con disolventes de bajo punto de ebullición, antes de ser calentados en el vacío.

20 3ª.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado por hacerse entrar un gas inerte, preferentemente nitrógeno, por la parte superior del recipiente, aplicándose el vacío al extremo in-

209846

18



ferior del recipiente.

4^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1^a - 3^a, caracterizado porque el calentamiento se efectúa en un recipiente con superficies permutadoras de calor dispuestas verticalmente.

5^a.- Un procedimiento para la preparación, para la hilatura, de poliésteres aromáticos condensados en disolventes, los cuales han sido formados a partir de ácidos dicarboxílicos aromáticos o sus derivados, y glicoles.

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

La presente Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

18 JUN. 1953

Alberto de Elzaburr

~~Por Firma~~