

221729

P.- 13.174.-  
R 185/21.164.



221729

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

1 MAY 1955

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
P A T E N T E S 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 N.V. ONDERZOEKINGS INSTITUUT RESEARCH, entidad holandesa, establecida en Velperweg 76, Arnhem, Holanda, por:

"UN METODO DE HACER INFUSIBLES HILOS, PELICULAS Y PRODUCTOS SIMILARES DE POLIMEROS TERMOPLASTICOS LINEALES SINTETICOS".

5 La mayoría de los productos termoplásticos, tales como hilos, fibras, películas, hojas y productos análogos obtenidos a partir de polimeros termoplásticos lineales sintéticos, adolecen del inconveniente de que cuando se sobrecalientan incluso durante un corto tiempo por encima del punto de fusión, se ablandan considerablemente y comienzan ya a fundir.



Los hilos, las fibras, las películas, las hilas y las hojas que se emplean como material para aislamientos eléctricos pueden entonces sinterizar y fundir y la propiedad aislante puede desaparecer por completo o en parte.

5 El cordoncillo hecho de tales polímeros y empleado como refuerzo en neumáticos para automóviles pierde su necesaria rigidez y se alarga a las altas temperaturas que en el uso pueden encontrarse.

10 Los productos tejidos, tales como alfombras, y productos similares a hojas, tales como tapetes, cortinas, etc., hechos a partir de estos polímeros, pueden deteriorarse fácilmente cuando se ponen en contacto con un cigarrillo encendido.

15 También existe el riesgo de que si una persona lleva prendas hechas de estos polímeros, particularmente ropa interior, y sus prendas se incendian, las hechas de material termoplástico se pegarán al cuerpo.

20 De acuerdo con el método de este invento, se ha descrito que es posible eliminar estos inconvenientes para cierta clase de polímeros, a saber, aquellos que, como las poliamidas, los poliuretanos, los ésteres de poliamida y polímeros análogos, contienen grupos polipéptidos (-CO.NH-). Para este fin, se forma un delgado recubrimiento infusible sobre la superficie del producto manufacturado a partir de  
25 dichos polímeros en combinación con las moléculas del polímero.

El método de acuerdo con el invento para hacer

221729



infusibles productos tales como hilos, fibras, películas y hojas, de polímeros termoplásticos lineales sintéticos que, como preferiblemente las poliamidas, contienen grupos polipéptidos (grupos  $-CO.NH-$ ) se caracteriza porque los  
5 productos se tratan con una solución de un compuesto de cromo, una solución de tanino y una solución de tártaro emético en una secuencia arbitraria, después de lo cual tiene lugar el lavado y el secado.

Se ha encontrado que como sales de cromo son adecuados, por ejemplo, el bicromato potásico, el sulfato crómico y el acetato crómico.  
10

Las soluciones pueden acidificarse con ácido fórmico, lo que en el caso de solución de tanino es particularmente favorable.

15 Para productos de dimensiones limitadas, tales como fibras, hilos en forma de madejas o paquetes, se puede aplicar el mismo método que se usa cuando se les tiñe, en el cual se añade tanto tinte que después del proceso de teñido el baño de tinte queda agotado.

20 En el caso de productos como películas, hojas, bandas de tejido, urdimbres de hilos, etc., se prefiere trabajar de modo continuo, siendo conducidos los productos a cierta velocidad sucesivamente a través de los diversos baños de tratamiento que poseen una concentración constante  
25 de productos químicos.

No solo se pueden tratar productos sin teñir, sino también productos teñidos y combinarse también el te-

221729



ñido con los tres tratamientos de acuerdo con el invento, siendo los productos primero teñidos y luego tratados de acuerdo con el invento.

5 El tratamiento de los productos sin teñir de productos ligeramente coloreados o productos que carecen de color en absoluto.

La posible coloración puede reducirse si el tratamiento con una solución de un compuesto de cromo va seguido por un tratamiento con un agente reductor, por ejemplo, una solución diluida de tiosulfato sódico.

10 Otros compuestos metálicos, tales como compuestos de aluminio, de hierro y de estaño, que se usan a menudo en el proceso de teñido en lugar de compuestos de cromo, no entran en consideración ya que en ese caso solamente se formaría un delgado recubrimiento cuyo punto de fusión sólo es ligeramente superior al del propio polímero.

Se recomienda usar baños de tratamiento con una temperatura de 60-100°C, preferiblemente 90-95°C.

20 En la medida en que es necesario un tratamiento de lavado entre los baños de tratamiento individuales puede bastar un simple tratamiento de enjuagado. Es aconsejable lavar los productos tratados a fondo inmediatamente antes del secado.

25 El invento se ilustra en lo que sigue por medio de algunos ejemplos. Los productos mencionados en los ejemplos se obtuvieron todos del producto de polimerización de



caprolactama por hilatura en fusión o colada en fusión.

En los ejemplos en los cuales el baño de tratamiento se agota, el porcentaje de los productos químicos se basa sobre el peso del hilo. El tratamiento se lleva siempre a cabo a una relación de baño de 1:40, sin embargo, e-esto se hace solamente a fin de obtener resultados comparables.

En los ejemplos en los cuales el tratamiento se realiza continuamente la concentración de los baños, que se mantiene constante, se da en porcentajes referidos al volumen del baño.

#### EJEMPLO I

Una madeja de hilo de fibras de poliamida consistente en fibras de 15 deniers se trató de acuerdo con el metodo de agotamiento sucesivamente con un baño de sal de cromo, un baño de tanino y un baño de tartaro emético. La relación del baño fué de 1:40.

Al comienzo, el baño de sal de cromo contenía 1% en peso de bicromato potásico y 2% en peso de ácido fórmico (85%). El periodo de tratamiento ascendió a 60 minutos a 95-100°C. Luego, se enjuagó el material.

Al principio, el baño de tanino contenía 4% en peso de tanino y 4% de ácido fórmico en peso. El tratamiento se llevó a cabo durante 30 minutos a 90°C.

El baño de tartaro emético contenía al comienzo 2% en peso. El tratamiento se realizó durante 30 minutos a 90°C.

221729



Luego, el material se lavó por enjuagado y finalmente se secó a 60°C.

El color del hilo era pardo claro. Cuando se examinaron al microscopio, las fibras no se aglutinaron por fusión cuando se calentaron por encima de 280°C y la forma del hilo se mantuvo debido al recubrimiento delgado infusible.

#### EJEMPLO II

El tratamiento se realizó como en el Ejemplo I, sin embargo con la diferencia de que después del tratamiento con la sal de cromo y el enjuagado se usó un baño de reducción que al comienzo contenía 1% en peso de tiosulfato sódico. El tratamiento se llevó a cabo durante 45 minutos a 95°C. El hilo tratado tenía un color mucho más claro que el hilo del Ejemplo I. Poseía un color crema claro y era también infusible.

#### EJEMPLO III

Hilo de fibras de poliamida como en el Ejemplo I se trató como sigue a una relación de baño de 1:40.

Al comienzo, el baño de sal de cromo contenía 3% en peso de sulfato crómico y 1% en peso de ácido fórmico (85%). El tratamiento se realizó durante 45 minutos a 95°C.

Después de enjuagado durante un corto tiempo, siguió el tratamiento con el baño de tanino y luego siguió el tratamiento con el baño de tartaro emético.

Inicialmente el baño de tanino contenía 4% en

221729



peso de tanino y 4% en peso de ácido fórmico (85%). El tratamiento se realizó durante 30 minutos a 90°C.

El baño de tártaro emético contenía inicialmente 2% en peso de tártaro emético. El tratamiento se llevó a cabo durante 20 minutos a 90°C.

Finalmente el hilo se enjuagó y secó.

Cuando el hilo tratado se calentó bajo el microscopio por encima del punto de fusión de la poliamida, se encontró que la forma de la fibra permanecía intacta, siendo posible distinguir el polímero líquido bajo el delgado recubrimiento infusible.

#### EJEMPLO IV

El hilo de poliamida original se tiñó primero a una relación de baño de 1:40 en un baño que contenía 1,5% en peso de Erionyl-chrome red R.C. (Geigy) al cual se añadió 2% en peso de ácido fórmico (85%). Durante el teñido, el baño se calentó en 30 minutos a 95°C, luego en 45 minutos a 95-100°C.

Después se realizó el mordentado con 1% en peso de bicromato potásico (en el mismo baño) durante 45 minutos a 95-100°C, y luego el material se enjuagó durante un corto tiempo. El uso de colorantes mordientes tiene la ventaja de que puede prescindirse de un tratamiento con cromo - que de otro modo podría ser necesario. En este caso, se usó 1% de bicromato en lugar de 3-4% normalmente requerido para mordentado posterior del colorante en ese caso.

221729



El baño de tanino tenía una concentración inicial de 4% en peso de tanino y 4% en peso de ácido fórmico (85%). El tratamiento se realizó durante 30 minutos a 90°C.

5 El baño de tártaro emético tenía una concentración inicial de 2% en peso de tártaro emético. El tratamiento se realizó durante 20 minutos a 90°C. Luego, el material se enjuagó y finalmente se secó.

10 El hilo que había quedado teñido de rojo se calentó por encima de 280°C, pero no fundió, mientras que permaneció intacta la forma de las fibras.

#### EJEMPLO V

15 El tratamiento se realizó de acuerdo con el Ejemplo IV, con la diferencia, sin embargo, de que el teñido tuvo lugar en un baño de tinte que contenía 1,5% en peso de Solocromate Blue D.150 (I.C.I.).

Aparte del color, los resultados fueron los mismos que en el Ejemplo IV.

#### EJEMPLO VI

20 Se realizó el tratamiento de acuerdo con el Ejemplo IV con la diferencia, sin embargo, de que el primer teñido se efectuó con un colorante ácido (Telon echtgelb G.N.Bayer) y el tratamiento con la sal de cromo se realizó con sulfato crómico, en lugar de bicromato potásico.

#### EJEMPLO VII

25 Un grupo de 250 hilos, que marchaban paralelos y a cierta distancia entre sí (urdimbre) cada uno con un

221729



1955

título de 90 deniers y consistiendo cada uno en 60 filamentos elementales, se trató de acuerdo con el invento.

Los hilos se ajustaron a una separación de 6 mm., de modo que la anchura de la urdimbre ascendió a unos 150 cm. La urdimbre se condujo de modo continuo a través de los diversos baños de tratamiento dispuestos uno tras otro.

Con el fin de aumentar el tiempo de tratamiento, y para, respectivamente, acortar las cubetas de tratamiento, dichas cubetas se provieron cada una de dos filas de rodillos transportadores, una verticalmente encima de la otra, de modo que los hilos pudieran guiarse hacia arriba y hacia abajo a través de estas cubetas.

Los rodillos transportadores fueron accionados de modo imperativo y a tal velocidad que se impidiera cualquier estiramiento o contracción indeseables.

El primer baño de tratamiento contenía 40 grs. por litro de sulfato crómico. La temperatura ascendió a 95°C y el tiempo de inmersión fué de 25 seg.

El segundo baño de tratamiento contenía 50 gr-s. por litro de tanino y 4 grs. por litro de ácido fórmico. La temperatura fué de 90-95°C, y el tiempo de inmersión ascendió a 4 seg.

El tercer baño de tratamiento de 92°C contenía 25 grs. por litro de tártaro emético. El tiempo de inmersión fué de 25 segundos.

El baño de agua que seguía a continuación te-

221729



nia una temperatura de 20°C. El tiempo de inmersión fué de 10 seg.

Finalmente, los hilos se secaron sobre rodillos (100°C) y luego se arrollaron.

5 EJEMPLO VIII

Sé trató una hoja a modo de película con una anchura de 1 m. y un espesor de 0,2 mm. en forma análoga a la urdimbre, sin embargo con las diferencias siguientes:

10	Baño de sal de cromo:	50 grs/litro de sulfato crómico temperatura: 90-95°C tiempo de inmersión: 30 seg.
15	Baño de tanino:	60 grs/litro de tanino 4 grs/litro de ácido fórmico temperatura: 90-95°C Tiempo de inmersión: 45 seg.
20	Baño de tártaro emético:	30 grs/litro de tártaro emético Temperatura: 90°C Tiempo de inmersión: 30 seg.
	Baño de agua:	Temperatura, ambiente Tiempo de inmersión: 10 seg.
	Rodillos secadores:	Temperatura: 100°C.

25 Una repetición de estos Ejemplos con el producto de condensación de hexametilén diamina y ácido adípico dio resultados correspondientes.

30 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda, el 24 de Mayo de 1954, bajo el Número 187.817, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

221729



1955

-----  
---- N O T A ----  
-----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

5                   1º. Un método de hacer infusibles hilos, fibras, películas, hojas y productos similares hechos de polímeros termoplásticos lineales sintéticos que contienen grupos polipéptidos (grupos -CO.NH-), tales como poliamidas, poliuretanos, ésteres de poliamida y polímeros similares,  
10                   caracterizado por que los productos se tratan con una solución de un compuesto de cromo, una solución de tanino y una solución de tártaro emético en secuencia arbitraria después de lo cual los productos se lavan y seca.

                  2º. Un método según se reivindica en el punto  
15                   1º., caracterizado por que al menos la solución de tanino está acidificada, preferiblemente con ácido fórmico.

                  3º. Un método según se reivindica en los puntos 1º. ó 2º., caracterizado por que productos de polímeros

221729



y de dimensiones limitadas, tales como fibras, hilos en forma de madejas o paquetes, se tratan de acuerdo con el método de agotamiento, preparándose los baños de tratamiento por tandas para cantidades pesadas del producto a tratar, refiriéndose al contenido en productos químicos de dichos años al peso del producto.

4º. - Un método según se reivindica en los puntos 1º ó 2º, caracterizado porque productos de polímeros y que tienen dimensiones grandes en una dirección solamente, tales como hilos continuos, urdimbres, películas y hojas, bandas de tejidos y similares, se tratan de acuerdo con el método continuo, siendo conducido el producto a cierta velocidad sucesivamente a través de los diversos baños de tratamiento que tienen concentración constante de los productos químicos.

5º. - Un método según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por que se tratan productos que han sido ya teñidos.

6º. - Un método según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado por que el tratamiento con el compuesto de cromo va seguido por un tratamiento con un agente reductor, tal como tiosulfato sódico.

7º. - Un método de hacer infusibles hilos, películas y productos similares de polímeros termoplásticos lineales sintéticos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que

221729



antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de doce hojas y la presente, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 17 MAY. 1953

P. A.

Alberto de Elzabete

Prin. Pofiar.