

228787

28



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case No. F11839.

228787

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de fabricación de artículos textiles perfeccionados".

=====

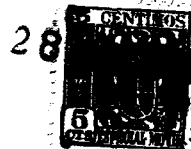
Solicitantes : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,  
entidad inglesa, residente en Imperial  
Chemical House, Millbank, Londres,  
Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a la fabricación de artículos textiles perfeccionados, constituidos por fibras de polímeros lineales sintéticos, tales como las poliamidas y los tereftalatos de polimetileno altamente polimerizados.

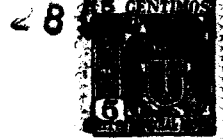
5. Las fibras de polímeros sintéticos de cadena lineal, tales como las poliamidas y los tereftalatos de polimetileno altamente polimerizados, se obtienen cortando o desgarrando filamentos continuos, comunmente cuando se encuentran en forma de borra, o estopa. Estas fibras se
10. transforman luego en hebras hiladas, por cualquier método

228787

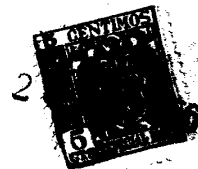


- conocido. Los artículos obtenidos de estas hebras hiladas, presentan una tendencia a formar pelusa, esferas pequeñas o "bolitas" de fibras sueltas cuando estos artículos se someten al roce o fricción consigo mismos o con otras superficies, como ocurre en el uso normal. Esta formación de pelusa, pequeñas esferas o bolitas, es difícil de eliminar de la superficie de los tejidos. En gracia a la brevedad, el fenómeno se llamará a continuación "formación de bolitas".
- 5.
10. De acuerdo con este invento, se proporciona un procedimiento para reducir la tendencia a la formación de bolitas en artículos, fabricados mediante hebras hiladas constituidas por polímeros sintéticos de cadena lineal, tales como las poliamidas o los tereftalatos de polimetileno
15. altamente polimerizados, caracterizado porque el polímero en forma de filamentos o de fibras se trata para reducir su peso molecular.
20. El peso molecular puede reducirse en cualquier fase de la fabricación; o sea, puede reducirse tratando los filamentos antes de convertirse en fibras, o estas como tales, o cuando se hilan en forma de hebras. Si se desea, las hebras hiladas pueden tratarse al fabricar géneros tejidos o de punto, o pueden también tratarse los artículos obtenidos con dichos géneros.
25. Pueden utilizarse muchos métodos para reducir el peso molecular del polímero en los filamentos o fibras, pero debe cuidarse de que la reducción del peso molecular no avance demasiado, para que las fibras no pierdan sus propiedades textiles útiles. La carga máxima y la resistencia al roce, por ejemplo, se reducen al disminuir el
- 30.

228787



- peso molecular, y lo mismo le ocurre a la tendencia a la formación de bolitas. Así pues es preciso encontrar un equilibrio para cada tipo de polímero, al reducirse el peso molecular, de tal modo que la tendencia a la
5. formación de bolitas se reduzca suficientemente conservándose sin embargo en grado suficiente las demás propiedades textiles tales como la carga máxima y la resistencia al roce, para la aplicación especial textil a que han de destinarse las fibras.
10. El tratamiento para reducir el peso molecular, se aplica con preferencia a temperaturas elevadas, con objeto de reducir al mínimo el tiempo de tratamiento. Por la misma razón, puede emplearse presión superatmosférica.
15. Al tratar los filamentos o fibras para reducir el peso molecular, debe cuidarse de que no se realice una disolución apreciable del polímero, con el cual se prepararon las fibras. Además, debe procurarse también conseguir que no se presente una contracción demasiado
20. elevada de los filamentos y las fibras.
- Los tereftalatos de polimetileno altamente polimerizados, tales como el tereftalato de polietileno, pueden tratarse para reducir el peso molecular de los filamentos o fibras, empleando vaporrecalentado. Otro
25. método comprende un tratamiento de amidación, empleando soluciones acuosas de amoníaco, vapor de amoníaco o aminas. Otros métodos adecuados comprenden tratamientos con ácido nítrico o soluciones de sulfuros, a concentración elevada, tales como sulfuro de sodio.
30. Debe tenerse presente que para obtener resulta-



dos uniformes y evitar, por ejemplo, la coloración o teñido desigual, el tratamiento debe aplicarse uniformemente. Puede conseguirse esto reduciendo a un mínimo los desniveles de temperatura y humedad en la zona de tratamiento. En algunos tratamientos, la reducción

5. del peso molecular del polímero puede ir acompañada de un cambio químico, por ejemplo, el tratamiento del tereftalato de polietileno con amoníaco, que se cree da por resultado la amidación .

10. En el procedimiento de este invento, un polímero que tenga el peso molecular corrientemente asociado con la formación de fibras, se trata, mientras se encuentra en forma de filamento o fibra, para reducir el peso molecular. Esta reducción del peso molecular,

15. es una parte esencial de este invento. Los esfuerzos para hilar filamentos de polímero de bajo peso molecular, y reducir así la formación de bolitas en los artículos textiles fabricados con fibras de dichos filamentos, no proporcionan los buenos resultados de este invento.

20. Se cree que mediante el tratamiento de este invento, el grado de formación de las bolitas se equilibra con la proporción de eliminación, porque las bolitas, al formarse se desprenden y caen.

25. El método de medir el peso molecular se lleva a cabo con preferencia midiendo la viscosidad intrínseca, que luego se convierte en valores medios de peso molecular.

La viscosidad intrínseca se determina como sigue.

30. Se pesa exactamente una muestra de las fibras, y se disuelve en un disolvente; la solución se introduce

228787



en un viscosímetro Ostwald, y <sup>se</sup> determina el tiempo de paso.

La relación  $\frac{\text{tiempo de paso de la solución}}{\text{tiempo de paso del disolvente}} - 1$

5. En la viscosidad específica de la cual se calcula la viscosidad intrínseca (IV) por medio de la fórmula,

$$IV = \left[ \frac{SV}{C} \right]_{C=0}$$

en la que (SV) es la viscosidad específica y (C) la concentración de la solución en gramos por cien centímetros cúbicos.

10. En el caso de tereftalato de polietileno, se pesan exactamente 0,25 g. de fibras y se disuelve en 25 ml. de ortoclorofenol, de un punto de ebullición de 175-176°C. calentando a 100°C durante 15-30 minutos, y después de enfriar, se determina el tiempo de paso en un viscosímetro Ostwald nº 2 B.S.S. a una temperatura de 25°C.  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ . La concentración de la solución (C) se expresa en gramos disueltos en 100 ml. a 25°C.

20. Cuando el tratamiento de este invento se aplica al tereftalato de polietileno, es necesario reducir la viscosidad intrínseca desde alrededor de 0,63 a entre 0,28 y 0,45. A estos valores, la tendencia a la formación de bolitas se elimina o, por lo menos se reduce considerablemente.

25. Dado que un objeto de este invento es reducir la formación de bolitas en los tejidos de hebras hiladas constituidas por polímeros sintéticos de cadena lineal, es conveniente emplear un ensayo comparativo de formación



- de bolitas. Se ha medido la formación de bolitas de las muestras usadas volteando 4 muestras a la vez, de 114,3 x 139,7 mms. de los tejidos enrolladas alrededor de tubos de caucho cilíndricos de unos 25,4 mms. de diámetro y 165,1 mms. de longitud. Las muestras se voltean en una caja en forma de cubo de unos 228,6 mms. de longitud de las aristas, revestida con corcho, durante un periodo de 5 horas. Las muestras se inspeccionan a intervalos y se toma de cualquier manifestación de formación de bolitas.
- 5.
  - 10.

Los ejemplos siguientes aclaran este invento sin limitarlo.

EJEMPLO 1.

- Se prepararon muestras de género de tereftalato de polietileno utilizando para hacer punto una hebra de tereftalato de polietileno de 2/36 (cuento o numeración de lana) empleando fibras de denier 3 y 101,6 mms. Las muestras se degradaron por amidación con solución de amoníaco de una densidad de 0,88 durante 18, 42 y 66 horas respectivamente, en un aspirador cerrado, a la temperatura ambiente. Durante este tratamiento, la carga máxima de la hebra se redujo gradualmente desde 2,6 gr. por denier en la muestra sin tratar, a 0,82 gr. por denier; la elongación a la ruptura se redujo de 27,7% a 10,5%; la viscosidad intrínseca se redujo, durante este tratamiento, de 0,59 a 0,38 que corresponde aproximadamente a la reducción en el número de peso molecular medio, de 10,500 en la muestra sin tratar a 5,600 despues de un tratamiento de 66 horas. La resistencia al roce, que se midió haciendo rozar las muestras hasta
- 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



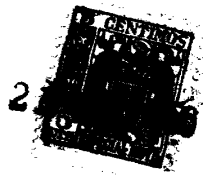
la destrucción, variaba desde 100,000 revoluciones en el aparato de ensayo de la muestra sin tratar, a 7.000 revoluciones en la muestra tratada durante 66 horas. La formación de bolitas de la mezcla se midió, y se contó el número de bolitas por pulgada cuadrada. En la mezcla sin tratar, había 47,5 bolitas por pulgada cuadrada, comparado con ninguna en la mezcla tratada durante 66 horas. Los resultados figuran en la Tabla siguiente, habiendose obtenido los mejores por el tratamiento durante 42 horas; el número de bolitas por pulgada cuadrada fue de 2 solamente. En esta muestra, la carga máxima de las fibras separadas se redujo a 2,2 desde la comprobada en la fibra primitiva de la muestra sin tratar, que era de 3,7 g. por denier.

T A B L A

Tratamiento con amoníaco $d=0.88$ (Horas)	Carga máxima de la hebra gn/denier	Elongación a la ruptura	Viscosidad intrínseca	No. Peso molecular medio	Destrucción por roce (Revoluciones)	Bolitas por pulgada cuadrada (número)
0	2.6	27.7	0.59	10,500	100,000	47.5
18	2.32	26.0	0.52	8,750	80,000	37.5
42	1.52	19.8	0.40	6,000	23,000	2.0
66	0.82	10.5	0.38	5,600	7,000	0

EJEMPLO 2.

15. Se prepararon muestras de género de tereftalato de polietileno, haciendo punto como se describe en el ejemplo 1 y se trataron aquellas con vapor en un recipiente a presión a  $2,8 \text{ kg/cm}^2$ . durante 6 y 12 horas. En



228787

- este periodo la carga máxima de la hebra se redujo de 2,6 a 2,05 y 1,1 g. por denier; la elongación a la ruptura, de 27,7 a 27,5 y 16,0% y la viscosidad intrínseca, de 0,59 a 0,42 y 0,34, respectivamente. La viscosidad intrínseca corresponde a un número medio de pesos moleculares de, aproximadamente, 10,500, 6,500 y 4,900 respectivamente. La resistencia al roce, medida como en el ejemplo 1, se redujo desde 100,000 revoluciones a 22,000 y 5,000. El número de bolitas se redujo desde 47,5 por pulgada cuadrada a 13 y a 0, respectivamente.

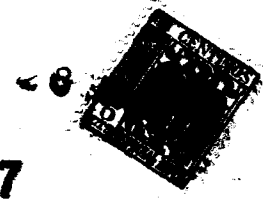
La carga máxima de las fibras separadas de la muestra, se redujo solamente a 2,97 y a 1,59 desde 3,7 g. por denier, con el tratamiento por vapor durante 6 y 12 horas.

15. EJEMPLO 3.

- Se prepararon muestras de tela de tereftalato de polietileno, tejiendo un género con hebra de tereftalato de polietileno de 1/18 (cuento o numeración de lana) empleando fibras de denier 3 y 38 mm. de longitud. Las muestras de la tela se degradaron por amidación con una solución de amoníaco de una densidad de 0,88 como en el ejemplo 1, siendo de 18 y 42 horas el tiempo de tratamiento. La carga máxima de la hebra durante el tratamiento se redujo desde 2,3 g. por denier en la muestra sin tratar, a 1,64 y 0,89 g. por denier, después del tratamiento durante 18 y 42 horas, respectivamente.

La elongación a la ruptura se redujo desde 27% en la muestra sin tratar, a 26,3 y a 16,4% después de tratar durante 18 y 42 horas respectivamente, mientras que la viscosidad intrínseca se redujo desde 0,56 en

228787



- la muestra no tratada, a 0,45 y 0,36, respectivamente, que corresponde a un número de peso molecular medio de 9,750 en la muestra sin tratar y 7,250 y 5.000 después del tratamiento durante 18 y 42 horas. La resistencia
5. al roce se redujo desde 22,000 revoluciones del testigo, a 14,500 y 6,000 revoluciones después del tratamiento durante 18 y 42 horas, respectivamente. El número de bolitas por pulgada cuadrada era de 12,5 en la muestra sin tratar, no habiéndose encontrado ninguna en un
10. ensayo de comparación, después de tratar las muestras durante 18 y 42 horas.

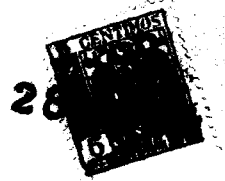
EJEMPLO 4.

- Muestras de tejido de tereftalato de polietileno, preparadas como en el ejemplo 3 se trataron con
15. vapor en un recipiente a la presión de 2,6 kg/cm<sup>2</sup>, durante 6 horas. En este periodo, la viscosidad intrínseca se redujo de 0,56 a 0,44 el número de peso molecular medio, de 9750 a 7,000; la resistencia al roce, de 22,000 a 13,000 revoluciones y la carga máxima de la
20. fibra se redujo solo a 3,74 g. por denier, desde los 4,5 g. por denier de la muestra no tratada. El número de bolitas por pulgada cuadrada de la muestra, se redujo a 0,5 frente a 12,5 bolitas en el tejido sin tratar.

EJEMPLO 5.

- Una falda plegada, obtenida tejiendo fibras de tereftalato de polietileno de 1/18 (cuento o numeración de lana) y usando fibras de denier 3 y 38 mm. de longitud, se trató con una solución acuosa de amoníaco de una densidad de 0,88 en un autoclave, durante 24 horas
- 25.
30. a la temperatura ambiente, reduciéndose el peso molecular

228787



aproximadamente a la mitad del que tenía la muestra sin tratar. Un ensayo de formación de bolitas realizado en la muestra tratada mostró que la tendencia a dicha formación se redujo de 12 a 1 bolita por pulgada cuadrada. Los pliegues o tablas de la falda, permanecieron inalterados.

De estos resultados se desprende que es necesario reducir la viscosidad intrínseca de las fibras de tereftalato de polietileno a 0,4-0,45 para obtener una reducción apreciable en la tendencia a la formación de bolitas. Una viscosidad intrínseca de 0,4 a 0,45 corresponde a un número de peso molecular medio de, aproximadamente, tereftalato de polietileno de 5,000 a 7,250:

15. EJEMPLO 6.

En este ejemplo se trataron filamentos de tereftalato de polietileno en forma de estopa rizada, que se enrolló, suelta, de modo regular, en un bote, y el tratamiento se realizó mientras el envase se encontraba en una vasija a presión, con amoníaco gaseoso a 130°C. y 2,1 kg/cm<sup>2</sup> de presión, durante 45 minutos. Como resultado de este tratamiento, la viscosidad intrínseca del tereftalato de polietileno, se redujo de 0,62 a 0,38. La estopa de filamento tratada, se cortó en fibras cortas. Se prepararon géneros tejidos, tejiendo una sarga con hebra de 2/20 cuento o numeración de lana, empleando fibras corrientes de tereftalato de polietileno de denier 3 y 57,14 mm. de longitud, cortadas de la estopa de filamentos tratados. Se prepararon géneros de punto en una máquina



de galga 10, o sea de 10 agujas por pulgada, con hebra de 2/28 cuento o numeración de estambre, empleando fibras corrientes rizadas de tereftalato de polietileno de denier 3 y 114,3 mm. de longitud. Cuando estos

5. géneros se sometieron a un ensayo de formación de bolitas, como se ha descrito, no se recogió ninguna. Géneros análogos obtenidos de fibras corrientes de estopa sin tratar presentaron una formación de bolitas considerable, al ensayarse para la comparación.

10. EJEMPLO 7.

Se trataron con una mezcla de vapor y amoníaco a 130°C y 2,1 kg/cm<sup>2</sup> de presión durante 45 minutos, filamentos de tereftalato de polietileno en forma de estopa: La viscosidad intrínseca del tereftalato

15. de polietileno, se redujo de 0,62 a 0,38. En las hebras de fibras corrientes no se observó formación de bolitas, como en el ejemplo 6, cuando se sometieron al ensayo de formación de bolitas, como se ha descrito. Las fibras obtenidas de la estopa sin tratar, presen-

20. taron una gran formación de bolitas al ensayarlas para comparación.

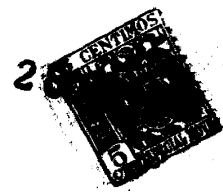
EJEMPLO 8.

Durante 70 minutos, después de caldear previamente con vapor a 3,5 kg/cm<sup>2</sup>, de presión, se

25. trataron filamentos de tereftalato de polietileno, en forma de estopa, a 120°C. con amoníaco gaseoso a la presión de 2,1 kg/cm<sup>2</sup>. Este tratamiento redujo la viscosidad intrínseca del tereftalato de polietileno desde 0,62 a 0,38. No se presentó formación de bolitas

30. en los géneros preparados como se describe en el ejemplo

228787



6, con las fibras cortadas de la estopa tratada, pero las telas obtenidas con fibras cortadas de estopa sin tratar formaron gran cantidad de bolitas.

EJEMPLO 9.

5. Durante 24 horas se trataron a la temperatura ambiente, en un aspirador cerrado, con ácido nítrico al 70%, fibras corrientes rizadas de tereftalato de polietileno. Esto produjo una reducción en la viscosidad intrínseca, de 0,61 a 0,40. Las fibras tratadas al
10. hilarse en forma de hebra y convertirse en géneros como se describe en el ejemplo 6, no acusaron tendencia alguna a la formación de bolitas, empleando el ensayo descrito para comprobarla. Los géneros fabricados del mismo modo con fibras sin tratar, al ensayarse para
15. la comprobación, mostraron una gran cantidad de bolitas.

EJEMPLO 10.

- Se prepararon muestras de géneros tejidos y de punto, de fibras de tereftalato de polietileno, como se describe en el ejemplo 6. Los artículos se
20. trataron durante 2 horas en una solución al 40% peso/volumen de monometil-amina a la temperatura ambiente. La viscosidad intrínseca del polímero de tereftalato de polietileno, se redujo de este modo de 0,62 a 0,35. No se observó formación de bolitas al ensayarse los
25. géneros, pero las muestras no tratadas presentaron una gran cantidad de bolitas, de 15 a 46 por pulgada cuadrada, para al ensayarse/la comparación.

EJEMPLO 11.

- Un género de punto preparado con hebra hilada
30. de estambre de nylon, se trató por inmersión en una

228787



- solución al 10% de ácido clorhídrico a 60°C durante 19 horas. El género, al ensayarlo para la formación de bolitas, como se describió, no mostró formación alguna después de 5 horas por volteo. Una muestra no tratada del género de punto de nylon, así como muestras del género tratadas con ácido clorhídrico al 10%, durante 18, 17 y 16 horas solamente, acusaron una gran formación de bolitas al ensayarlas como se ha descrito.
- 5.
10. El tratamiento de este invento no origina pérdidas serias en las propiedades textiles útiles de los artículos tratados, excepto la reducción/<sup>no</sup>muy elevada de la resistencia de las fibras separadas, y de su comportamiento para con el roce y el desgaste. No quedan afectadas la resistencia al arrugado y la conservación
15. de los pliegues de estos artículos.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica,
20. debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 31 de mayo de 1955,
25. nº 15,545 acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento de fabricación de artículos textiles perfeccionados"; caracterizándose por lo siguiente:
- 30.



228787

5. 1ª.- Procedimiento de fabricación de artículos textiles perfeccionados, caracterizado porque para reducir la tendencia a la formación de bolitas de pelu-silla en artículos confeccionados con hebras hiladas constituidas por polímeros sintéticos de cadena lineal, tales como las poliamidas o los tereftalatos de polime-tileno altamente polimerizados, dichos polímeros, en forma de filamentos o fibras se tratan para reducir su peso molecular.
10. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el polímero es un tereftalato de polimetileno altamente polimerizado, y se trata con vapor super-calentado.
15. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, carac-terizado porque el polímero es un tereftalato de polimetileno altamente polimerizado y se trata con amoniaco.
20. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque el polímero se trata con amoniaco gaseoso, a presión superatmosférica y a temperaturas elevadas.
25. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el polímero es un tereftalato de polimetileno altamente polimerizado, y se trata con aminas.
30. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 5ª, caracterizado porque la amina es la monometil-amina.
- 7ª.- Procedimiento, según lo especificado en

228787



cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las fibras se transforman en tejidos o artículos textiles, antes del tratamiento.

5. 3º.- Procedimiento de fabricación de artículos textiles perfeccionados; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, **28 MAY. 1956**

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET  
P. P.