

AÑO 1957.

Expediente núm. _____



236606

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN 236606

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INVENCIÓN por 20 años, en España

a favor de

MONTECATINI, Societá General per l'Industria, de nacionalidad
Mineraria e Química.
italiana domiciliado en MILAN (Italia).

calle de via F. Turati, núm. 18

por:

« PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA MEJORAR LA ESTABILIDAD DIMEN-
SIONAL DE FIBRAS ELASTICAS ORIENTADAS POR ESTIRADO, OBTENI-
DAS DE POLIMEROS ELEVADOS Y CRISTALIZABLES DE PROPILENO »

Nº 1924

Agente Sr. JAIME ISERN MIRALLES.

999999



236606

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA MEJORAR LA ESTABILIDAD DIMENSIONAL DE FIBRAS ELÁSTICAS ORIENTADAS POR ESTIRADO, OBTENIDAS DE POLÍMEROS ELEVADOS Y CRISTALIZABLES DE PROPILENO", a favor de la firma italiana MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, residente en MILÁN (Italia), via F. Turati, 18.

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento y aparato para mejorar la estabilidad dimensional de fibras elásticas orientadas por estirado, obtenidas de polímeros elevados y cristalizables de propileno.

5. En la memoria de nuestra solicitud co-pendiente nº 232.308 hemos descrito la preparación de fibras orientadas por estirado, de polímeros elevados cristalizables de alfa-olefinas, especialmente propileno. Las fibras obtenidas de polímeros elevados cristalizables del propileno tienen características muy excepcionales. Tienen una tenacidad (de hasta
10. 6g/den) que es superior a la que presentan otras fi-



236606

bras sintéticas que tienen características elásticas similares, incluso a la que presenta el nylon que, desde este punto de vista, es la mejor fibra sintética conocida hasta ahora.

En la siguiente Tabla, se facilita una comparación del comportamiento elástico de fibras comparables de nylon y poli-propileno.

5.

T A B L A 1

Alargamiento	8%	8%	15%	15%
Fibra	nylon	PP	nylon	PP
Recuperación elástica instantánea, %	100	100	-	-
Recuperación elástica diferida, %	98	100	81	95

Por recuperación elástica instantánea se quiere dar a entender la recuperación observada cuando la fibra es sometida a un alargamiento, soltada inmediatamente, y medida 60 segundos más tarde; por recuperación elástica diferida se entiende la recuperación observada después que la fibra ha sido mantenida bajo esfuerzo durante 60 segundos, y medida al cabo de 60 segundos de haberla soltado.

10.

La elevada recuperación elástica de las fibras de poli-propileno es muy valiosa en muchas aplicaciones; no obstante, produce considerables dificultades durante su manipulación, y además, las fibras tienen una considerable tendencia a encogerse cuando son calentadas en agua.

15.

236606



Esta última dificultad puede, obviamente, ser seria tanto durante la manufactura como en ciertas aplicaciones de las fibras.

5. Cuando las fibras orientadas por estirado producidas tal como se indica en nuestra mencionada memoria son bobinadas según se presenta bajo tensión y con una elevada elasticidad, de la operación de estirado, tanto en forma de hilos mono-filamento o multifilamento, se encogen y comprimen el material ya devanado y, como consecuencia se enrollan irregularmente, siendo especialmente pronunciada esta dificultad en el caso
10. de hilos multi-filamento, cuyas fibras son electrizadas a medida que rozan las unas con las otras, y, en consecuencia, tienden a separarse mutuamente. La irregularidad de devanado produce roturas frecuentes del material tanto durante el al-
15. macenamiento de los carretes como durante el desenrollado.

- Por la presente invención se proporciona un procedimiento para mejorar la estabilidad dimensional de fibras elásticas orientadas por estirado, producidas a partir de un polímero elevado cristalizable de propileno, cuyo procedimiento
20. comprende el calentar las fibras bajo condiciones de temperatura y durante un tiempo tales que se produce un encogimiento substancial en ausencia de limitación mecánica, mientras se mantiene las fibras bajo tensión. Por este procedimiento, que es aplicado preferentemente antes de que las fibras orientadas
25. por estirado sean devanadas y antes de que sean torcidas para formar hilo multi-filamento, si éste es el producto deseado, se obtiene fibras con las que no se presentan las dificultades anteriores.

- En una forma preferida del procedimiento, dicho calentamiento es efectuado en una fase única, durante la que las
- 30.

236606



5. fibras son mantenidas a longitud constante o son dejadas encogerse en un grado que no excede de 15%. En otra forma preferida del procedimiento, la cual da substancialmente los mismos resultados, el citado calentamiento es efectuado en dos fases, en la primera de las cuales las fibras son calentadas a una temperatura moderada, por ejemplo unos 80°C durante unos pocos segundos, durante los que se las deja encogerse en una cuantía que no excede de 15%, y en la segunda de las cuales son calentadas mientras son mantenidas a longitud constante, por ejemplo mientras son devanadas sobre una bobina, siendo las condiciones de tiempo y temperatura en dichas fases tales que en ausencia de limitación mecánica se produciría un encogimiento substancialmente mayor en la segunda fase que en la primera. En la segunda fase las fibras pueden, por ejemplo, ser calentadas a una temperatura de 80 a 160°C por un tiempo de hasta 60 minutos.
10. En todo caso el calentamiento de las fibras es empezado preferiblemente mientras éstas están desplazándose a partir de un aparato en el que han sido convertidas en su estado orientado por estirado.
15. Sea la que sea la forma de procedimiento empleada, los mejores resultados son obtenidos calentando las fibras a una temperatura de 80 a 160°C. Las temperaturas superiores a 160°C pueden ser empleadas a fin de obtener un efecto más rápido, pero es de notar que la temperatura de transición de primer orden del polipropileno es usualmente de 169 a 170°C y, obviamente, no ha de ser rebasada.
20. Normalmente se prefiere efectuar dicho calentamiento a una temperatura más alta, pero no substancialmente más elevada, que la empleada en la operación de orientación por estirado.
25. En la práctica preferida, si la manufactura es efectuada en una
- 30.

236606



sola fase después de la orientación por estirado a temperaturas comprendidas entre 80 y 140°C, el calentamiento es realizado a una temperatura más alta que no exceda de 160°C, preferiblemente a 135-145°C, durante un tiempo de una fracción de segundo a unos pocos segundos.

5. Un aparato adecuado para utilizarlo en la práctica del procedimiento en su forma de una fase **única** es el indicado en el dibujo adjunto. Este aparato consiste en un cilindro de entrada lento 1 (velocidad periférica 4 a 15 m/min), una cámara de aire caliente 2 de unos 30 cm de longitud (o plancha caliente equivalente), un cilindro estirador rápido 3 (velocidad periférica de 20 a 100 m/min), una segunda cámara de aire caliente 4, idéntica a la cámara 2, un cilindro 5 que tiene una velocidad igual a, o hasta un 15% inferior que la del cilindro 3, 10. o una velocidad mayor, un sistema devanador del tipo de anillo 15. 6 para la fibra.

La fibra es orientada por estirado entre los cilindros 1 y 3 y es sometida al proceso de calentamiento de la presente invención entre los cilindros 3 y 5.

20. Los cilindros 1, 3 y 5 son accionados por medio de una transmisión continuamente variable a fin de ajustar las razones de estiraje y los tiempos de permanencia en los calefactores. Las cámaras de aire caliente pueden ser abiertas tal como se indica en 7 a fin de facilitar la introducción 25. del hilo.

Un hilo obtenido utilizando dicho aparato (o incluso utilizando el proceso de dos fases mencionado anteriormente) no produce ningún inconveniente cuando es devanado y tiene una estabilidad dimensional satisfactoria, y características mecánicas mejoradas. Es de notar que hay una estrecha relación 30.

236606



5. entre los resultados obtenibles por el procedimiento de la presente invención y la proporción de polímero amorfo presente en el polímero utilizado; así, mientras que con polipropileno que tiene un contenido amorfo máximo de 15%, se obtiene fibras que tienen un encogimiento residual de 0 a 1% (en agua a 100°C), con polipropileno que tiene un contenido mayor en polímero amorfo, un encogimiento residual de 3 a 4% ha de ser considerado como un resultado muy bueno.

10. Al llevar a la práctica el procedimiento, el grado de encogimiento permitido, o el grado de estiraje adoptado han de ser seleccionados de acuerdo con las características finales deseadas de las fibras.

15. El encogimiento controlado que permite cierto retorno al desorden molecular de las fibras no orientadas, conduce a una ligera disminución en las propiedades elásticas de la fibra, la cual es ventajosa en algunas aplicaciones. Por otra parte, el tratamiento térmico a longitud constante o, acompañado por un ligero estiraje conserva la orientación y deja inalteradas las propiedades elásticas de la fibra. Este resultado, que es quizás generalmente más ventajoso, es, no obstante, acompañado por valores de encogimiento residual en agua a 100°C algo más elevados que los obtenibles cuando se permite encogimiento y las otras condiciones son iguales. En todo caso, tales valores de encogimiento residual no son mayores que el 3 o 4% y son, por tanto, aceptables en la preparación de carretes y substituyentes operaciones de textura.

25. Es de notar que cuando se permite un encogimiento controlado, el mismo es acompañado por cierto grado de aumento en el alargamiento a la rotura, cuya magnitud aumenta con la cantidad de encogimiento. La tenacidad de las fibras queda casi

30.

236606



constante.

Los siguientes Ejemplos son facilitados con el objeto de ilustrar la invención:

EJEMPLO 1.

5. Utilizando el aparato ilustrado en el dibujo, se trata ocho muestras de un hilo de 100 denier, no orientado, de polipropileno que tiene una viscosidad intrínseca de 0.9 y un contenido amorfo de 15%, de la siguiente manera:

10. Las muestras 1, 2 y 3 son orientadas por estirado, simplemente;

las muestras 4 a 8 son tratadas de acuerdo con esta invención;

las muestras 4, 5 y 6 son orientadas por estirado y luego tratadas térmicamente bajo encogimiento controlado;

15. la muestra 7 es orientada por estirado y luego tratada térmicamente a longitud constante:

la muestra 8 es orientada por estirado y luego tratada térmicamente mientras es estirada.

20. Las condiciones del tratamiento y los resultados obtenidos están sumariados en las siguientes Tablas II y III.

236606



T A B L A II

Muestra nº	Condiciones de tratamiento									Características mecánicas	
	V ₁	V ₂	V ₃	R.S.	% Rel.	% Tens	T I	T II	Td	R g/den	alarga- miento %
1	15	90	-	6	-	-	100	-	54	4.5	25
2	15	97	-	6.5	-	-	130	-	50	5.2	22
3	15	90	-	6	-	-	130	-	55	5	23
4	15	97	94	6.3	2	-	130	130	52	5.15	24
5	15	97	92	6.1	5	-	130	130	54	5	25
6	15	97	88	5.9	10	-	130	130	56	5	26
7	15	97	97	6.5	-	-	130	140	50	5.6	22
8	15	97	105	7	-	9	130	140	50	5.8	21

T A B L A III

Muestra nº	Después de estirado y endurecido				Características mecánicas des- pués de inmersión en agua hir- viente durante 30 minutos con encogimiento libre					
	% en- cogi- miento en H ₂ O 100°C	R.E.I. %	R.E.R. %	M.E	R g/den	alar- gamien- to %	% en- cogi- miento en H ₂ O 100°C	R.E I	R.E. R	M.E
1	8	98	100	33	4.2	22	0	80	87	29
2	4	97	100	34	5	20	0	85	90	29
3	4.6	97	100	32	4.6	22	0	87	92	28
4	2	96	100	-	5	22	0	88	92	-
5	1.8	92	97	-	4.8	25	0	84	90	-
6	1.9	90	95	-	4.8	21	0	80	85	-
7	3	98	100	38	6.5	18	0	90	95	35
8	2.5	96	98	39	5.5	17	0	92	96	38



236606

En las precedentes Tablas II y III, significa:

V_1 = velocidad periférica del cilindro lento (m/min)

V_2 = " " " " rápido (m/min)

V_3 = " " " tercer cilindro (m/min)

5.

R.S. = relación de estiraje

Rel. % = encogimiento entre los cilindros 2º y 3º

Tens. % = tensión " " " " "

T I = temperatura de la plancha caliente entre los cilindros 1º y 2º.

10.

T II = temperatura de la cámara de aire caliente entre los cilindros 2º y 3º.

Td = medida en denier

R = carga de rotura, g/den

RE I = porcentaje recuperación después de un esfuerzo de 10% durante 5 segundos.

RE R = porcentaje de recuperación después de un esfuerzo de 10% durante 5 minutos.

15.

ME = módulo elástico, g/den.

EJEMPLO 2.

20.

Utilizando el aparato indicado en el dibujo, se estira entre el cilindro 1, que tiene una velocidad periférica de 4.5 m/min, y el cilindro 3, que tiene una velocidad periférica de 27 m/min, un hilo de 300 denier no orientado, de polipropileno cristalizabile que tiene una viscosidad intrínseca

25.

de 0.8 y un contenido amorfo de 12%, obtenido por hilatura del polímero fundido y que tiene una tenacidad de 0.7 g/den y un alargamiento de 580%. La cámara de aire caliente 2, (300 mm de largo) a través de la que pasa el hilo es mantenida a 130°C. Del cilindro 3 el hilo estirado pasa por la cámara de aire caliente 4 (300 mm de largo) que es mantenida a 140°C, al cilindro 5 que gira a una velocidad periférica de 24.8 m/min. El encogimiento permitido es, pues, de 8%.

236606



5. Del cilindro 5 el hilo pasa al dispositivo torcedor y devanador 6. El hilo devanado tiene una gran regularidad y puede ser desenrollado sin ningún inconveniente. Después de las operaciones mencionadas anteriormente el hilo tiene una tenacidad de 5.3 g/den, un alargamiento de 19% y una medida de denier de 30 deniers. Cuando el hilo es sumergido en agua a 100°C durante 30 minutos presenta un encogimiento de 3%.

EJEMPLO 3.

10. Utilizando el aparato indicado en el dibujo se estira entre el cilindro 1, que tiene una velocidad periférica de 4 m/min, y el cilindro 3, que tiene una velocidad periférica de 26 m/min, un hilo de 300 denier no orientado, de polipropileno cristalizable que tiene una viscosidad intrínseca de 0.95 y un contenido amorfo de 12%, obtenido por hilatura del polímero fundido y que tiene una tenacidad de 0.8 g/den, y un alargamiento de 610%. La cámara de aire caliente 2 (300 mm de largo) es mantenida a 130°C.

15.

20. Del cilindro 3 el hilo estirado pasa por la cámara de aire caliente 4 (300 mm de largo) que es mantenida a 145°C. El cilindro 5 gira a una velocidad periférica de 23.4 m/min permitiendo así un encogimiento de 10%.

25. El hilo tratado térmicamente pasa del cilindro 5 al dispositivo torcedor y devanador 6. El hilo devanado tiene una elevada regularidad y puede ser desenrollado sin ningún inconveniente. Después de las operaciones mencionadas anteriormente el hilo tiene una tenacidad de 5.7 g/den, un alargamiento de 23% y una magnitud denier de 61.5 deniers. Cuando es sumergido en agua a 100°C durante 30 minutos presenta un encogimiento de 4%.

30.



Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridades italianas nº 10.838 del 17 de Julio de 1956, y nº 851 del 17 de Enero de 1957, existiendo en ellas unidad de invención.

5. 1. Procedimiento para mejorar la estabilidad dimensional de fibras elásticas orientadas por estirado, obtenidas de polímeros elevados y cristalizables de propileno, cuyo procedimiento comprenden el calentar las fibras bajo condiciones de temperatura y durante un tiempo tales que se produciría un encogimiento substancial en ausencia de limitación mecánica, mientras se mantiene las fibras bajo tensión.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho calentamiento es efectuado en una fase única durante la que las fibras son mantenidas a longitud constante, o ligeramente estiradas, o son dejadas encogerse en un grado que no excede de 15%.
15. 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que las fibras son calentadas a una temperatura de 80 a 160°C.
20. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el calentamiento es efectuado en dos fases, en la primera de las cuales las fibras son calentadas a una temperatura moderada, durante lo cual son dejadas encogerse en un grado que no excede del 15%, y en la segunda son calentadas mientras son mantenidas a longitud constante, siendo las condiciones de tiempo y temperatura de dichas fases tales que en ausencia de limitación mecánica se produciría un encogimiento substancialmente mayor en la segunda fase que en la primera.
- 25.

236606



5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que las fibras son calentadas a unos 80°C durante unos pocos segundos en la primera fase y a una temperatura de 80 a 160°C durante un tiempo de hasta 60 minutos en la segunda fase.
5. 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el calentamiento de las fibras es empezado mientras éstas se desplazan desde un aparato en el que han sido convertidas en su estado orientado por estiraje.
10. 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que las fibras contienen propileno amorfo polímero en un grado que no excede de 15%.
15. 8. Aparato para mejorar la estabilidad dimensional de fibras elásticas orientadas por estirado, obtenidas de polímeros elevados y cristalizables de propileno, para la puesta en práctica del procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque comprende a lo menos un paso formado por un cilindro o juego de cilindros de entrada y un cilindro o juego de cilindros de salida accionados de modo que el hilo que circula por el paso es mantenido con un grado de tensión predeterminado, medios para calentar el hilo dentro de dicho paso y medios colectores del hilo que sale del mismo.
20. 9. Aparato según la reivindicación 8, caracterizado porque comprende una sola estación cuyos cilindros de entrada y de salida son accionados a la misma velocidad o bien con un ligero aumento o con una reducción de velocidad de un 15% como máximo en el cilindro de salida.
25. 10. Procedimiento y aparato para mejorar la estabilidad dimensional de fibras elásticas orientadas por estirado, obtenidas de polímeros elevados y cristalizables de propileno.
- 30.

236606



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de trece hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de una lámina de dibujos.

5.

Madrid, a 16 de Julio de 1957

MONTECATINI, Società Generale per

l'Industria Mineraria e Chimica

P.a.

RECEIVED

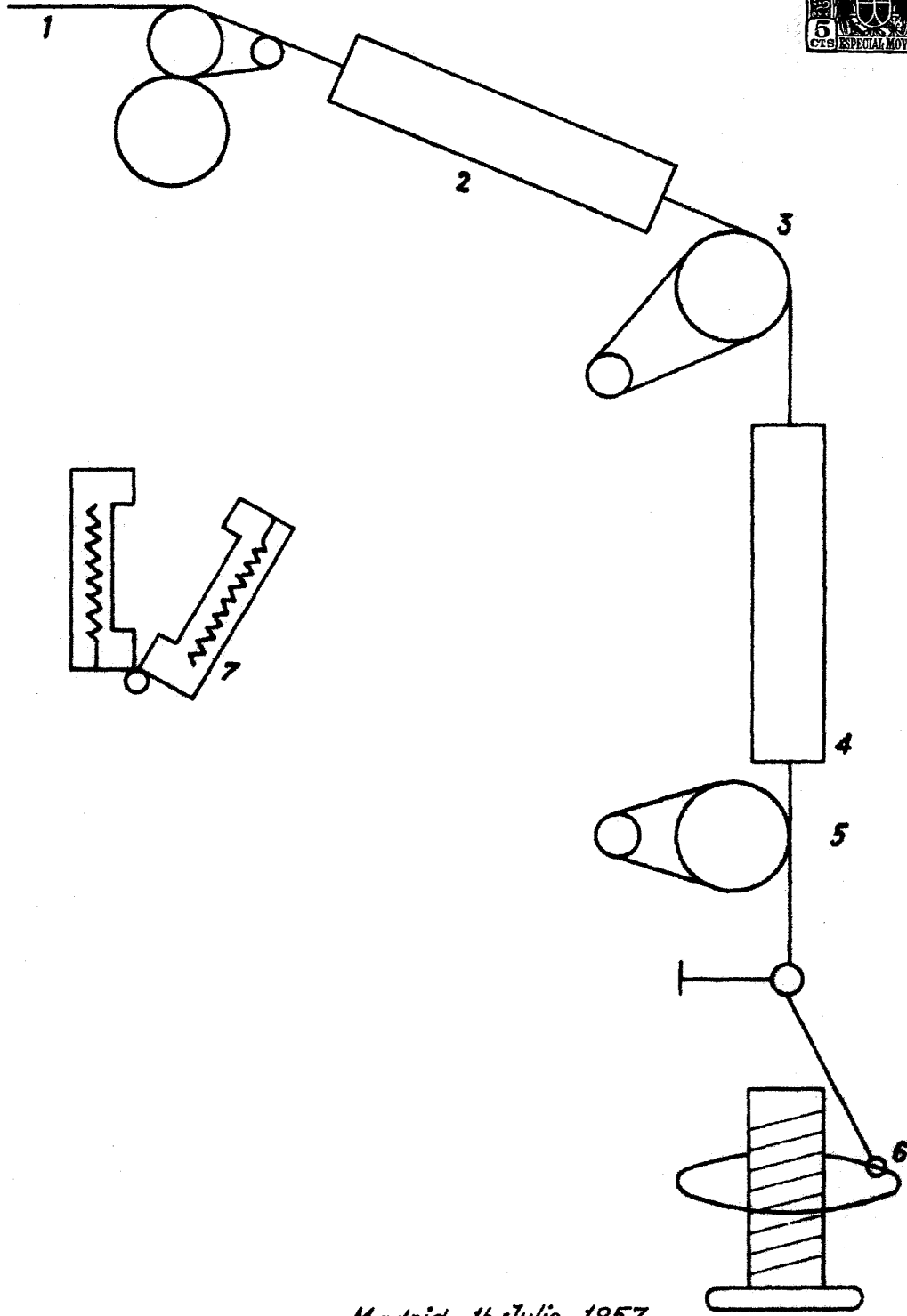
tr:mo
mr:

0.15+0.156

R/5 Montecatini, Soc. Gen. per l'Industria
Mineraria e Chimica

Hoja única

286606



Madrid, 16 Julio 1957
Jaime Iruern

p.p.