

AÑO 1958

Expediente núm.

241316



# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

241316

**PATENTE DE** ..... **INVENCION** .....

## MEMORIA DESCRIPTIVA

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE** ..... **INVENCION** ..... por 20 años, en España.

*a favor de*

MONTECATINI, Soc. Gen per l'Industria Mineraria e Chimica, de nacionalidad

italiana domiciliado en MILAN (Italia)

calle de ..... via F. Turati ..... núm. 18

*por:*

« METODO DE PREPARAR MONOFILAMENTOS CONSISTENTES PREDOMINANTE-  
MENTE EN POLIPROPILENO ALTAMENTE CRISTALINO »

Nº 6797

Agente Sr. Jaime Isern Miralles

15 A



241316

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

por "MÉTODO DE PREPARAR MONOFILAMENTOS CONSISTENTES PREDOMINANTEMENTE EN POLIPROPILENO ALTAMENTE CRISTALINO", 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 la producción de monofilamentos de polipropileno altamente cristalino.

5. Es sabido que hay varios polímeros de los que se puede obtener monofilamentos que, según las propiedades características de los polímeros y de su estructura particular, pueden ser utilizados provechosamente en el terreno de cepillos y brochas (como substitutos para las cerdas naturales) o tejidos a fin de obtener géneros particulares, o trenzados para preparar sogas, cordones y cuerdas utilizables en instrumentos de cuerda, raquetas o similares.
- 10.



241316

Ejemplos de ellos son: poliamidas, poliésteres, polietileno, polímeros vinílicos (cloruro de polivinilo, copolímeros de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno) y poliestireno.

5. Un objeto de la invención es el proporcionar un monofilamento mejorado.

La invención proporciona monofilamentos consistentes predominantemente en polipropileno altamente cristalino.

10. Tales monofilamentos, de hecho tienen una densidad más baja que cualquier otro monofilamento conocido (densidad 0.9), esto es, con el mismo peso tienen una mayor longitud (1.21 veces mayor que la de una poliamida, 1.56 veces mayor que la de un poliéster, 1.81 veces más grande que la del sarán); tienen una alta resistencia al calor, superior a la del polietileno, polímeros vinílicos y poliestireno; tienen una resistencia a la tracción igual o superior a la de los monofilamentos conocidos más tenaces (poliamidas, poliésteres); su resistencia a la tracción no es influenciada por la humedad, al contrario de lo que ocurre con las poliamidas, ya que la absorción de agua es prácticamente nula incluso a altas temperaturas. También presentan un alto módulo elástico, buena resiliencia, alta recuperación elástica, gran resistencia a doblados repetidos, muy buenas propiedades eléctricas y presenta una buena resistencia a los mohos y microorganismos.

20. Teniendo en cuenta su coste más reducido, la importancia de los monofilamentos de acuerdo con la presente invención es aumentada considerablemente de modo evidente.

25. El menor coste es debido en parte al precio más reducido del polipropileno comparado con los otros polímeros conocidos hasta ahora (en particular poliamidas y poliésteres) y,

30.

241316

15



5. en parte a una más fácil trabajabilidad; en comparación con las poliamidas y poliésteres, el polipropileno cristalino no requiere ningún secado después de la extrusión, puede ser estirado fácilmente aunque se encuentre en un estado finamente cristalino, y todos los desperdicios pueden ser trabajados nuevamente.
10. La invención proporciona además un método de preparar monofilamentos consistentes predominantemente en polipropileno altamente cristalino, por extrusión en la que la temperatura en el extremo de entrada de la extrusora es de 20 a 100°C superior al punto de fusión del polipropileno, disminuyendo dicha temperatura a lo largo de la extrusora de forma que la temperatura en el cabezal de extrusión es de 0 a 40°C más grande que dicho punto de fusión.
15. El polímero, preferiblemente en forma de gránulos para obtener velocidades de flujo más altas y más uniformes, es cargado en la tolva de un extrusor de tornillo. La temperatura mantenida en la extrusora depende principalmente del peso molecular del polímero de partida, y es regulada de tal manera
20. que disminuya de modo aproximadamente lineal desde la zona inmediatamente después de la tolva hasta el extremo del tornillo; esta última temperatura también puede ser mantenida en el cabezal extrusor que lleva el paquete filtrante y la hilera.
25. Se ha encontrado, en la práctica, que las mejores características de resistencia, elasticidad y, particularmente, de regularidad del producto extruído son obtenidas regulando las temperaturas a lo largo de la extrusora de manera que la temperatura en el extremo de entrada es de 200 a 250°C mientras que en el cabezal extrusor es de 170 a 180°C.
30. Los agujeros de la hilera pueden tener cualquier diá-

- 4 -

241316 15



5. metro seleccionado, lo cual depende del número deseado en el monofilamento; este número también puede ser regulado por la velocidad de plegado, esto es, la relación de estiraje en la fase plástica. El diámetro de los agujeros de la hilera puede variar desde unas pocas décimas de milímetro hasta 3-4 mm, mientras que la relación de estiraje en la fase plástica, que es la relación entre la velocidad de plegado y la razón de extrusión, es mantenida preferiblemente por encima de la unidad, a fin de asegurar una mayor regularidad de número en el filamento.

10. No obstante, se ha encontrado que un aumento excesivo en la relación de estiraje dentro de la fase plástica no es conveniente porque no conduce a una mejora de las características finales del artículo manufacturado, sino que puede perjudicar el tratamiento sucesivo ya que impide que el monofilamento pueda ser sometido subsiguientemente a razones de estiraje suficientemente altas.

15. Para aumentar las características mecánicas de los monofilamentos terminados se prefiere sumergir el monofilamento extruído en un baño templador que tiene una longitud y temperatura tal que el monofilamento es enfriado completamente.

20. Por ejemplo, un monofilamento de 1600 den extruído a 200°C y plegado a una velocidad de 38 metros por minuto, alcanza una temperatura de unos 20°C después de una marcha de 1 metro en agua a temperatura ambiente, mientras que un monofilamento de 1000 den extruído a 200°C y plegado a una velocidad de 120 m por minuto alcanza esta temperatura después de una marcha de 2 m.

25. Si el templado es demasiado brusco, esto es, si la temperatura del baño es muy baja con respecto a la temperatura y diámetro del monofilamento, se puede producir cambios de tensión en la capa superficial exterior del monofilamento, y esta capa superficial, después de un estiraje subsiguiente, re-

30.

241316

15 A



sulta estar sobre orientada y por tanto puede perjudicar la resistencia del monofilamento y producir la formación de fibrilas.

5. Además, para filamentos de gran diámetro (más de 750 micras) un templado brusco en agua fría puede producir la formación de burbujas de contracción dentro del monofilamento. En los experimentos que hemos llevado a cabo, hemos encontrado que se obtiene los mejores resultados efectuando el templado a una temperatura de 40 a 50°C.

10. Es de notar que, mientras los monofilamentos obtenidos de otros polímeros cristalinos en general son templados a una temperatura más baja que la temperatura de transición de segundo orden, de manera que el producto templado aparece en estado substancialmente amorfo, los monofilamentos de acuerdo con esta invención pueden, por el contrario, ser templados a una temperatura substancialmente mas alta que la temperatura de transición de segundo orden (que es -36°C), y por tanto son obtenidos en el estado cristalizado después del temple, aunque las cristalitas están divididas tan finamente que no producen ninguna difi-

15. cultad en una operación de estiraje sucesivo.

20. El monofilamento extruído puede ser estirado continuamente o devanado sobre bobinas y estirado subsiguientemente.

25. Los ensayos de atemperamiento que se ha llevado a cabo (guardando los carretes de monofilamento no estirado durante más de 2 meses), han demostrado que el atemperamiento no tiene ninguna influencia sobre la posibilidad de estiraje y sobre las características mecánicas después del estiraje.

30. El estiraje puede tener lugar entre un par de cilindros lentos y un par de cilindros rápidos, entre cuyos pares se ha dispuesto un elemento calefactor que puede consistir en una

6-

241316

15 A



placa metálica termocontrolada o en un baño de un líquido adecuado calentado (por ejemplo, agua).

5. Las características mecánicas finales dependen esencialmente de la relación de estiraje (la tenacidad aumenta incrementando la relación de estiraje y alcanza un máximo con relaciones de estiraje comprendidas entre 1:7 y 1:9) pero también son influenciadas por la temperatura de estiraje.

10. El monofilamento puede ser estirado a una temperatura comprendida entre la ambiente y una temperatura cercana al punto de fusión ( $170^{\circ}\text{C}$ ). Los mejores resultados, en lo que a la tenacidad se refiere, son obtenidos estirando a temperaturas de aproximadamente  $130^{\circ}\text{C}$  (a esta temperatura se presenta la mayor razón de cristalización).

15. También la operación de estiraje, en el caso de los monofilamentos de polipropileno cristalino, se caracteriza porque tiene lugar a una temperatura substancialmente más alta que la temperatura de transición de segundo orden, esto es, contrariamente a lo que ocurre usualmente con los monofilamentos de otros polímeros cristalinos que, por regla general, son estirados a una temperatura cercana a la temperatura de transición de segundo orden.

20. Un incremento en el estiraje tiene un efecto sobre las características mecánicas similar al de un aumento en la relación de estiraje; es determinado por la relación de estiraje, ya que disminuye si dicha relación aumenta.

25. Finalmente, es de notar que, mientras los monofilamentos obtenidos de otros polímeros cristalinos requieren un tratamiento final de cristalización térmica, los monofilamentos de polipropileno, como que ya son altamente cristalinos, no hacen necesario el empleo de ninguna cristalización ulte-

30.

24131615 A



rior, y todo tratamiento térmico bajo tensión o en un estado de encogimiento controlado o libre sólo es efectuado para una estabilización dimensional, particularmente a las altas temperaturas.

5. En los monofilamentos obtenidos de acuerdo con la presente invención, la tenacidad, alargamiento elástico, deformación permanente, encogimiento en agua a 100°C y la recuperación a la flexión, por lo general son controlados. Con respecto a esta última característica, se ha encontrado que también es influenciada positivamente por un proceso térmico de estabilización, particularmente cuando es efectuado bajo tensión. La recuperación a la flexión es particularmente importante cuando los monofilamentos han de ser utilizados para la producción de cepillos y brochas.

10. Esta característica es medida devanando los monofilamentos sobre una barra que tiene un diámetro de 2.3 mm (0.09 pulgadas) de modo que las vueltas forman un ángulo de  $\beta$  grados.

15. El monofilamento es mantenido en esta posición durante 4 minutos y luego dejado en libertad en agua a temperatura ambiente durante 1 hora, determinando así el ángulo  $\gamma$  de deformación residual del monofilamento.

20. Si inicialmente, antes del ensayo, el monofilamento presenta una deformación de  $\alpha$  grados, el porcentaje de deformación residual será

$$D = \frac{100 (\gamma - \alpha)}{\beta - \alpha} \%$$

- 8 -

241316 15 A



Para obtener monofilamentos particularmente adecuados para preparar cerdas, cepillos, brochas y similares, es importante apuntar en forma cónica sus extremos variando periódicamente la velocidad de los cilindros plegadores inmediatamente después de la hilatura.

5.

En general se ha encontrado que los monofilamentos de polipropileno son adecuados para cualquier manipulación mecánica que pueda dar o mejorar las características particularmente necesarias para cada una de las numerosas aplicaciones posibles.

10.

Por ejemplo, la muy alta inercia química del polipropileno hace posible su empleo para sogas o tejidos sometidos a agentes químicos, o para filtros para la industria química; para este último caso, la resistencia del polímero a las altas temperaturas es importante. Su adaptabilidad para la producción de filtros de aire está basada particularmente sobre su capacidad de acumular electricidad estática. Sus buenas propiedades de aislamiento eléctrico son muy importantes cuando se prepara cuerdas para pantallas de aparatos eléctricos.

15.

Además las características de hidro-repelencia, ligereza, resistencia a mohos y micro-organismos, hacen posible preparar redes, sedales de pescar y cables marinos, para los que los valores de alta tenacidad también son esenciales.

20.

Finalmente, esta última propiedad, en adición a la flexibilidad y facilidad de limpieza hacen los filamentos particularmente adecuados para la producción de tapicerías, sacos de mano, maletas, zapatos, tiendas de campaña, mosquiteros, felpudos, tapices, esterillas y cepillos para usos industriales y domésticos.

25.

Los siguientes ejemplos son facilitados para ilustrar

30.

-9-

241316

15



la invención.

EJEMPLO 1.

5. Se extruye un polipropileno cristalino que tiene una viscosidad intrínseca de 1.3, a 170°C a través de una hilera que tiene agujeros con un diámetro de 0.3 mm y el monofilamento producido de esta manera es plegado sobre cilindros que giran a una velocidad doble que la velocidad de extrusión.

10. El monofilamento es templado en un baño de agua a 40°C y luego estirado sobre una placa metálica mantenida a 130°C con una relación de estiraje de 1:8. Se obtiene un monofilamento de 125 denier que tiene las siguientes características mecánicas:

	Tenacidad	7 g/den
	Alargamiento a la rotura	17 %
15.	Encogimiento después de ½ h. a 100°C	6 % (filamento no estabilizado)
	Recuperación elástica inmediata (después de un alargamiento de 10%)	93 %
	Deformación permanente (después de un alargamiento de 10%)	0 %
20.	Resistencia al nudo Standard	5 g/den
	Resistencia al bucle Standard	3.5 g/den

25. La recuperación elástica inmediata es determinada alargando del 10% un filamento de 50 cm de largo, manteniéndolo deformado de esta manera durante 15 segundos y dejándolo encogerse libremente durante 5 segundos.

La deformación permanente, por otra parte, es determinada midiendo la longitud del filamento, otra vez al cabo de 5 minutos.

30. El mismo monofilamento, estabilizado térmicamente por un tratamiento a 130°C durante 20 segundos bajo condiciones de

- 10 -

241316

15



libre encogimiento, adquiere las siguientes características mecánicas:

5.	Tenacidad	4.5 g/den
	Alargamiento a la rotura	23 %
	Encogimiento después de $\frac{1}{2}$ h. a 100°C	0 %
	Recuperación elástica inmediata (después de un alargamiento de 10%)	88 %
	Deformación permanente (después de un alargamiento de 10%)	5 %

10. Si, por otra parte, el mismo monofilamento es estabilizado térmicamente por un tratamiento a 130°C durante 20 segundos bajo tensión, sus propiedades varían como sigue:

15.	Tenacidad	6.5 g/den
	Alargamiento a la rotura	13 %
	Encogimiento después de $\frac{1}{2}$ h. a 100°C	2 %
	Recuperación elástica inmediata (después de un alargamiento del 10%)	90 %
	Deformación permanente (después de un alargamiento del 10%)	2 %

20. La recuperación a la flexión, determinada de acuerdo con el método descrito anteriormente, es 85%, correspondiente este valor al de las cerdas naturales.

EJEMPLO 2.

25. Se extruye un polipropileno cristalino que tiene una viscosidad intrínseca de 2.1 a través de una hilera mantenida a 180°C y el monofilamento es plegado a una velocidad tal que la relación de la velocidad de plegado a la razón de extrusión es de 1.5 a 1.

30. El monofilamento es templado en agua a 20°C y luego estirado en agua a 90°C con una relación de estiraje de 1:7. Se obtiene un monofilamento de 200 denier que tiene las siguien-



241316

tes características mecánicas:

	Tenacidad	6.2 g/den
	Alargamiento a la rotura	20 %
	Encogimiento después de $\frac{1}{2}$ h. a 100°C	9.2 % (filamento no estabilizado)
5.	Recuperación elástica inmediata (después de un alargamiento del 10%)	95 %
	Deformación permanente (después de un alargamiento del 10%)	0 %

E J E M P L O 3.

10. Se prepara un monofilamento de polipropileno a partir de un polímero cristalino que tiene una viscosidad intrínseca de 1.2.

15. El producto, extruído a través de una hilera con un agujero de 0.5 mm de diámetro, es plegado sobre un dispositivo cuya velocidad es variada periódicamente de 10 a 40 m por minuto, obteniéndose de esta manera un monofilamento que varía en diámetro de 0.3 a 0.15 mm, siendo 35 mm la longitud de la porción cónica correspondiente. Este monofilamento, tratado tal como se describe en el ejemplo 1 y cortado adecuadamente,

20. es particularmente útil para la producción de cepillos y brochas.

*12*  
NOTA

241316

15



Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana número 5806 del 16 de Abril de 1957.

5. 1. Método de preparar monofilamentos consistentes predominantemente en polipropileno altamente cristalino, caracterizado porque se extruye ajustando la temperatura de entrada a la extrusora a 20-100°C superior al punto de fusión del polipropileno, disminuyendo dicha temperatura a lo largo de la extrusora de manera que en el cabezal extrusor es de 0 a 40°C superior a dicho punto de fusión.
10. 2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura en el extremo de entrada es de 200 a 250°C mientras que la temperatura en el cabezal es de 170 a 180°C.
15. 3. Método según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque los filamentos extruídos son sometidos a un tratamiento de temple a una temperatura substancialmente más alta que la temperatura de transición de segundo orden del polipropileno.
20. 4. Método según la reivindicación 3, caracterizado porque los filamentos son templados a una temperatura de 40 a 50°C.
25. 5. Método según las reivindicaciones 3 o 4, caracterizado porque los filamentos son sometidos, inmediatamente después de la extrusión y temple, a una operación de estirado a una temperatura substancialmente más alta que la temperatura de transición de segundo orden del polipropileno.

241316

15



6. Método según la reivindicación 5, caracterizado porque los filamentos son estirados a una temperatura de 80 a 160°C, preferiblemente 130°C.
7. Método según las reivindicaciones 5 o 6, caracterizado porque los filamentos son estirados con una relación de estiraje de 1:7 a 1:9.
8. Método según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, caracterizado porque después del estirado los filamentos son sometidos a estabilización térmica.
9. Método según la reivindicación 8, caracterizado porque dicha estabilización es efectuada a una temperatura de 130°C.
10. Método según las reivindicaciones 8 o 9, caracterizado porque los filamentos son mantenidos bajo tensión durante la estabilización.
11. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el área de la sección transversal de los filamentos es variada controlando la velocidad de plegado de los filamentos extruídos.
12. Método de preparar monofilamentos consistentes predominantemente en polipropileno altamente cristalino.

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

Madrid, a 15 de Abril de 1958

MONTECATINI, Società Generale per  
l'Industria Mineraria e Chimica

p.a.

ANGE ISERN MINALIE

P. P.

tr:mo  
mr.