

AÑO 1958

Expediente núm.



245086

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

245086

**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, Società Generale**

per l'Industria Mineraria e Chimica, de nacionalidad

italiana domiciliado en Milán (Italia).

calle de Via F. Turati núm. 18

por:

„PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN HILO ELASTICO“.

Nº 10239

Agente Sr. **JAIMÉ ISERN MIRALLÉS.**



245086

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

Por "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN HILO ELASTICO", a favor de la firma italiana MONTECATINI, Societa' Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, domiciliada en MILAN (Italia), Via F. Turati, núm. 18.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un hilo elástico.

La preparación de copolímeros lineales de alto peso molecular de alfa-olefinas, particularmente de propileno consigo mismo y con etileno, y la preparación de elastómeros vulcanizados a partir de tales copolímeros, por varios procedimientos, ya está descrita en solicitudes de patentes anteriores de los presentes solicitantes.

En particular se ha descrito la preparación de elastómeros por sulfocloración de tales copolímeros, seguida por la



245086

vulcanización de los productos sulfoclorados, en presencia de óxidos de metal.

5. Los productos vulcanizados así obtenidos tienen propiedades que, desde ciertos puntos de vista, son similares a las del caucho elástico, en particular altos valores de alargamiento elástico unidos a excelentes propiedades de rebote.

La presente invención proporciona un hilo elástico que comprende un copolímero lineal y de alto peso molecular, sulfoclorado y vulcanizado, de propileno/etileno.

10. La invención proporciona, además, un método de producir un hilo elástico, el cual comprende los pasos de extruir a través de una hilera una solución de un copolímero lineal y de alta molecularidad, de propileno/etileno en un disolvente orgánico, conteniendo dicha solución uno o más agentes vulcanizantes, eliminar el disolvente de los filamentos así obtenidos, y vulcanizar los disolventes a temperaturas de 125 a 170°C.

15. Los hilos elásticos proporcionados por la invención tienen propiedades mecánicas que pueden ser comparadas de modo muy favorable con hilos hechos de caucho natural y de ciertos cauchos sintéticos. No obstante, representan una mejora considerable sobre tales hilos, ya que tienen una resistencia mucho más grande al oxígeno, ozono, luz ultravioleta y a la intemperie.

20. Estas últimas características hacen posible el empleo de los hilos sin ningún recubrimiento protector particular.

25. Preferiblemente el copolímero contiene de 30 a 80% de etileno, tiene un peso molecular de 50 000 a 300 000, un contenido en azufre de 1 a 3%, y un contenido en cloro de 4 a 15%.

30. La producción de hilos de varios números (que pueden ser muy bajos) de copolímeros sulfoclorados es hecha posible

- 3 -  
245086<sup>5</sup>

- por la circunstancia de que se disuelven en ciertos disolventes orgánicos, y que las soluciones así obtenidas son adecuadas para la hilatura mediante los procedimientos convencionales utilizados para obtener filamentos a partir de soluciones de este tipo.
5. Las soluciones más adecuadas para la hilatura son más bien diluídas, con una concentración de 3 a 30% según el peso molecular del polímero.
- Se puede utilizar varios disolventes, tales como benceno, clorobenceno y tetracloruro de carbono. En la práctica, como que la sulfocloración es llevada a cabo, por regla general
10. en solución, la solución diluída resultante de la sulfocloración puede ser utilizada para la hilatura, después de añadirle agentes vulcanizantes adecuados.
- Son agentes de vulcanización adecuados, por ejemplo,
15. óxidos metálicos mono o polivalentes, mono o poliaminas primarias, secundarias y terciarias, y sales de metales alcalinos o alcalino-térreos con ácidos orgánicos o inorgánicos débiles y no volátiles. También se puede añadir agentes acelerantes y reguladores convencionales.
20. Para obtener los mejores resultados en la fase de hilatura es importante que la solución tenga una viscosidad comprendida dentro de ciertos límites. Se ha encontrado empíricamente que el método más simple y efectivo para determinar la viscosidad adecuada para la hilatura, consiste en determinar el tiempo
25. requerido por una esfera metálica que tiene un tamaño determinado, para caer desde una altura determinada dentro de la solución en examen. Utilizando una esfera de acero inoxidable que pesa 0.1295 g y una altura de caída de 10 cm, se ha encontrado que las soluciones son lo más adecuadas para la hilatura cuando
30. el tiempo de caída está comprendido entre 600 y 1.200 segundos.



245086

La hilatura de la solución puede ser llevada a cabo de manera convencional, a través de hileras apropiadas, y el disolvente puede ser eliminado de los filamentos por evaporación en la columna de hilatura o por coagulación en un baño adecuado.

5. El ejemplo siguiente es facilitado para ilustrar la invención.

E J E M P L O.

10. A una solución obtenida por sulfocloración en tetracloruro de carbono, de un copolímero de etileno/propileno que contiene 40% en peso de etileno, un contenido de azufre de hasta 1.9% y un contenido en cloro de 7.8%, teniendo dicha solución una concentración en copolímero sulfoclorado del 7% (tiempo de caída de la bola de acero inoxidable: 700 segundos (10 cm)), se añade las siguientes sustancias (porcentajes en peso basados en el copolímero sulfoclorado):

- 15.
- |              |   |
|--------------|---|
| PbO          | 40%   |
| Staybelite   | 2.5% (resina hidrogenada)                     |
| Vulcafor HSS | 0.25% (N-ciclohexil-2-benzotiazol-sulfamida). |

20. La hilatura es llevada a cabo en un aparato del tipo ilustrado esquemáticamente en el dibujo adjunto, en el que 1 representa un depósito para suministrar la solución, 2 una bomba de engranajes, 3 una cabeza de hilatura, 4 una hilera, 5 un tanque de coagulación, 6 rodillos locos para soportar el filamento y 7 un plegador para recoger el filamento.

25. Se utiliza una hilera de sombrerete de 18 agujeros de 0.2 mm de diámetro, prevista de una red de 13 000 mallas por  $\text{cm}^2$ , soportada por otras dos telas metálicas de 900 y 1500 mallas por  $\text{cm}^2$ , respectivamente. El recipiente de coagulación tiene 3 metros de largo y contiene metanol. La coagulación puede ser llevada a cabo en baños de varios tipos, dependiendo la
- 30.

-5 -

245086



5.

5

duración de la operación del número de los filamentos. El filamento, después de su coagulación y secado, es vulcanizado en un autoclave con ayuda de vapor vivo, a  $145^{\circ}\text{C}$  durante 30 minutos.

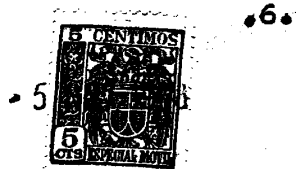
5. En la tabla 1 se refiere las características de dos muestras de filamentos que tienen un número ligeramente distinto, después de su vulcanización.

10. La tabla 2 muestra los resultados de un ensayo sobre la estabilidad de un filamento bajo la luz ultravioleta, llevado a cabo exponiendo durante el tiempo indicado, a la luz de una lámpara de cuarzo de 100 W colocada en el foco de un espejo parabólico, estando las muestras dispuestas en un plano horizontal normal a la dirección de la luz y al eje longitudinal del espejo, a una distancia de 30 cm del foco del mismo. Tal como se puede apreciar, las características del filamento quedan muy buenas, aún después de una exposición prolongada.

15. En la tabla 3 se ha relacionado los datos de un ensayo de envejecimiento llevado a cabo sobre dos muestras de un filamento vulcanizado, en presencia de oxígeno (aparato Bierer-Davies). El aparato consiste en una serie de pequeños autoclaves colocados en un termostato. Las muestras cuelgan de soportes aplicados a las tapas. El ensayo consiste en mantener las muestras en presencia de oxígeno a 21 at y  $70^{\circ}\text{C}$  durante un tiempo determinado. Después de este tiempo las muestras son sometidas nuevamente a ensayos para determinar su tenacidad, alargamiento y número

20.

25.



T A B L A 1.245086

Número (total de los 18 filamentos), deniers	190	194
Tenacidad, g/den	0.16	0.14
Alargamiento a la rotura, %	475	420
Deformación permanente (después de estirado a 200%), %	2	2.5
Módulo elástico, g/den	0.018	0.02

T A B L A 2.

Tiempo, horas	0	24	72	96	120
Número total en deniers	240	254	227	227	208
Tenacidad, g/den	0.13	0.10	0.07	0.07	0.06
Alargamiento a la rotura, %	478	538	468	450	400

T A B L A 3.

Tiempo, horas	0	0	72	72
Número	230	190	235	200
Tenacidad, g/den	0.15	0.13	0.16	0.14
Alargamiento, %	520	430	510	440

Se observará de estos resultados que la resistencia a la tracción no es alterada por el tratamiento, mientras que en el caso del caucho natural bajo condiciones similares (según es sabido) se produce una notable rebaja de sus propiedades mecánicas.

5.

= . =



- 7 -

NOTA

245086

Descrito el invento, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana núm. 15 794 del 6 de Noviembre de 1.957:

- 5. 1. Procedimiento para producir un hilo elástico, el cual comprende las fases de extruir a través de una hilera una solución de un copolímero lineal y de alto peso molecular, de propileno/etileno en un disolvente orgánico, conteniendo dicha solución uno o más agentes vulcanizantes, eliminar el disolvente de los filamentos obtenidos de esta manera, y vulcanizarlos a una temperatura de 125 a 170°C.
- 10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el copolímero contiene de 30 a 80% de etileno, tiene un peso molecular de 50 000 a 300 000, un contenido en azufre de 1 a 3% y un contenido en cloro de 4 a 15%.
- 15. 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que se emplea benceno, clorobenceno o tetracloruro de carbono como disolvente.
- 20. 4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que se emplea soluciones que presentan una concentración de 3 a 20%.
- 25. 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la solución tiene una viscosidad de 600 a 1200 segundos, siendo este tiempo el necesario para que una bola de acero inoxidable que pesa 0.1295 g caiga verticalmente a través de la solución, en una distancia de 10 cm.



245086

6. Procedimiento para producir un hilo elástico.

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

5.

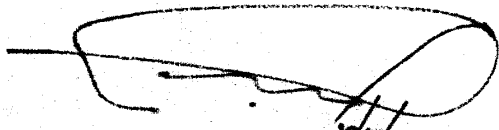
Madrid, a 5 de Noviembre de 1.958.

MONTECATINI, Società Generale per l'Industria  
Mineraria e Chimica.

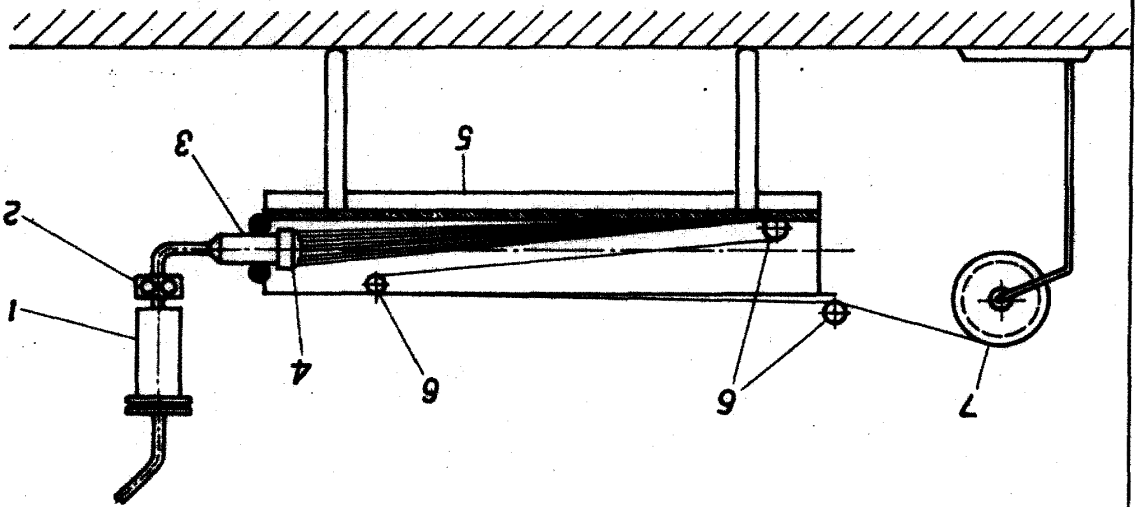
P. a.

JAIÑE ISERN MIRALLES

tr:mo  
m.m.



Madrid, 5 Novbre. 1958  
P. Jaime Isern



245086

Hoja única

R/S Montecani, Soc. Gen. per l'Industria  
Mineraria e Chimica