

27097A



PATENTE DE INVENCION

=====
I.C.I. Case No. P/ F. 15008.
=====

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de monofilamentos per-
"feccionados de polipropileno".

====

Solicitante:

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

====

Este invento se refiere a un procedimiento para tratar filamentos y, mas especialmente a un procedimiento para tratar monofilamentos de polipropileno para hacerlos adecuados para su uso en cepillos.

5.

Con objeto de que los monofilamentos sean



270974

satisfactorios para usarse en cepillos, han de poseer determinadas características no requeridas de los monofilamentos suficientemente adecuados para utilizarse en otras aplicaciones. Los requerimientos especiales de los monofilamentos para cepillos, son que no se desgasten apreciablemente después de centenares de movimientos de recorrido del cepillo en contacto con otra superficie, y además no deben retener la condición de extensión que adoptan durante dichos movimientos. El fenómeno de los monofilamentos al retornar a su posición normal después de haberse extendido, o sea su recuperación con respecto a la curva, se denominará a continuación su "recuperación".

En la Memoria Británica nº 813.891 se describe y reivindica un procedimiento para mejorar la estabilidad dimensional de las ^{elásticas} fibras orientadas por tensión, obtenidas de un polímero elevado de propileno, cristalizable, calentando las fibras sometidas a condiciones de temperatura y durante un tiempo tal que se presentaría una contracción apreciable en ausencia de sujeción mecánica, mientras se mantienen las fibras sometidas a tensión elevada. Las mejoras en la estabilidad dimensional resultantes de este proceso de tratamiento térmico se dice que reducen las propiedades de contracción cuando las fibras se sumergen en agua hirviendo, y además cuando se encarretan.

Se ha comprobado que determinadas condiciones de tensión y de tratamiento térmico ulterior, cuando se emplean en combinación entre sí, dan por resultado monofilamentos de polipropileno dotados de buena re-



270974

cuperación y de propiedades de resistencia al desgaste.

- Por medio del aparato a continuación descrito y representado en la figura 1 de los dibujos adjuntos, se ha desarrollado un método conveniente de ensayo para determinar si un monofilamento posee estas propiedades en grado satisfactorio para poderse usar con éxito en los cepillos. Este aparato consiste en un elemento de soporte en forma de varilla metálica 1 curvada en U de ramas desiguales y preparada para girar alrededor de la parte transversal de la U, que se hace permanecer horizontal. Un bloque de "Perspex" 2, con una base ondulada de 82,6 mm. de longitud, 19,01 mm. de ancho y 15,9 mm. de espesor mínimo, está sostenido por la rama corta de la U, con el centro del bloque a 165,1 mm. de la parte transversal. La superficie ondulada, está constituida por cinco protuberancias elípticas de 9,5 mm. de profundidad perpendiculares a la longitud del bloque; la distancia entre los surcos es de 19,1 mm. El bloque de "Perspex" se apoya en la superficie provista de filamentos de un cepillo de uñas que contienen el monofilamento de propileno sometido a ensayo. La superficie ocupada por los filamentos tiene 28,6 mm. de ancho y 69,9 mm. de longitud y contiene 78 mechones 4, cada uno constituido por 11 monofilamentos de 38,01 mm. de longitud doblados y sujetos en un orificio abierto por una broca de 1,9 mm. de diámetro, o sea, existen 22 extremos o puntas por cada mechón y estos sobresalen aproximadamente 12,7 mm. Del otro

270974



- brazo de la U está suspendido un peso 6 de 665 g. a una distancia de 254 mm. a contar de la parte transversal, y el cepillo se hace desplazar con movimiento alternativo en el soporte 5 en una dirección paralela a los brazos de la U, con una carrera de 69,85 mm. a la velocidad de 5.040 carreras por hora, o sea, los mechones más próximos a la parte transversal de la U, se mueven entre 82,6 y 152,4 mm. desde ésta. Después de 17,5 horas de movimiento alternativo del cepillo, éste se retira y los monofilamentos de polipropileno se comparan visualmente con monofilamentos de cepillos comercialmente disponibles, por ejemplo "brulon" 240 (nylon tipo 66), que se han sometido al mismo ensayo. Si los monofilamentos de polipropileno se desgastan y permanecen extendidos en proporciones que no sean apreciablemente mayores que las de los monofilamentos de cepillo de nylon convencionales, se consideran para los fines actuales, dotados de buenas propiedades de recuperación y de resistencia al desgaste.
5. Para los fines de obtener un cálculo cuantitativo de las propiedades de desgaste y recuperación de los monofilamentos de polipropileno en proporciones de servicio, se ha empleado una forma simplificada del aparato antes descrito para los ensayos, que somete los monofilamentos a las mismas condiciones de carga. Este aparato simplificado, se representa en la figura 2 de los dibujos adjuntos y se describe a continuación.

De acuerdo con este invento, el monofilamento de polipropileno isotáctico se estira hasta por



270974

- lo menos el triple de su longitud primitiva y luego se trata térmicamente a una temperatura inferior al punto de fusión del polímero, pero por encima de 90° C; el grado de estiraje es suficientemente bajo, en
5. combinación con una temperatura suficientemente elevada de tratamiento térmico, para dar lugar a un monofilamento de buena recuperación y propiedades adecuadas de resistencia al desgaste. Si el grado de estiraje es inferior a 3,5 y/o la temperatura del
10. tratamiento térmico excede de los 160° C, el monofilamento será menos rígido por tanto menos y adecuado para utilizarse en los cepillos.

- Por polipropileno isotáctico, se indica polipropileno de elevado peso molecular y del cual
15. por lo menos el 75 % en peso, y con preferencia el 90 % en peso, es insoluble en éter dietílico hirviente, a la presión normal, o en n-heptano. Los monofilamentos tratados de acuerdo con este invento, se obtienen con mayor facilidad y más económicamente por filatura en húmedo.
- 20.

Por grado de estiraje se indica la relación de la longitud del monofilamento después de estirarse a la que tenía antes de estirar.

- Por temperatura de tratamiento térmico,
25. se indica la temperatura del medio en el que se realiza el tratamiento térmico. Este debe llevarse a cabo durante un tiempo que dá por resultado una modificación apreciable del monofilamento tratado. El tiempo de tratamiento térmico dependerá, desde luego,
30. de las condiciones de transmisión de calor entre



270974

- el medio de tratamiento térmico y el monofilamento. Se ha comprobado que es posible obtener una modificación apreciable del monofilamento en 15 segundos, utilizando aire caliente como medio de tratamiento
5. térmico. Para conseguir la obtención del efecto deseado, sin embargo, es a menudo conveniente aplicar el tratamiento térmico durante períodos del orden de algunos minutos. Al trabajar en escala comercial, conviene a menudo encarretar grandes longitudes de
 10. monofilamento estirado en un tambor de diámetro relativamente grande, antes de tratar aquél y cortarlo en las longitudes de las cerdas y, en este caso, es práctico realizar el tratamiento térmico durante un período mayor aún, por ejemplo hasta una hora o
 15. más, con objeto de conseguir que el monofilamento del interior del carrete o bobina alcance la temperatura debida. Los medios adecuados para el tratamiento térmico, son el aire, el agua y otros gases y líquidos inertes. Durante la etapa de tratamiento
 20. térmico, el monofilamento puede mantenerse a longitud constante, o puede dejarse contraer, por ejemplo hasta alrededor del 25% de su longitud estirada. La contracción puede realizarse convenientemente haciendo pasar el monofilamento desde el rodillo rápido de estiraje, a través del medio de tratamiento,
 25. y a un rodillo que gire a una velocidad correspondentemente inferior. La contracción, sin embargo, dá por resultado la producción de monofilamentos de rigidez reducida en comparación con un monofilamento
 30. por lo demás obtenido de modo idéntico, excepto



270974

que el tratamiento térmico se llevó a cabo a longitud constante.

- Al trabajar con monofilamentos de 0,25 a 1,5 mm. de grueso, obtenidos por filatura en húmedo del polipropileno, del cual solamente el 15% en peso es soluble en éter dietílico hirviendo a temperatura normal, estirando en vapor a la presión normal, y tratando térmicamente el monofilamento estirado, en forma de madeja, durante una hora, mientras se impide su contracción, los grados de estiraje y las temperaturas mínimas correspondientes de tratamiento térmico necesarias para obtener monofilamentos satisfactorios, cuando se comprueban por el aparato de cepillado en húmedo representado en la figura 1, fueron

	<u>Grado de estiraje</u>	<u>Temperatura mínima del tratamiento térmico</u>
	4.5	112°C.
	5.0	120°C.
20.	5.5	128°C.
	6.0	135°C.
	6.5	142°C.
	7.0	151°C.

- Repitiendo los experimentos anteriores pero tratando térmicamente longitudes cortas en lugar de madejas, de los monofilamentos estirados, durante períodos de 5 a 15 minutos solamente, se comprobó que se precisaban aproximadamente las mismas temperaturas de tratamiento térmico para cada grado de



270974

estiraje antes citado, para obtener monofilamentos satisfactorios para cepillos.

- La tabla siguiente representa cuantitativamente el efecto de variar el estirado y las condiciones del tratamiento térmico, en las propiedades del monofilamento. El aparato utilizado para este objeto se representa en la figura 2, de los dibujos. Consiste en un soporte 13 de movimiento alternativo, para un cepillo 11 y un bloque 14 de
5. "Perspex" provisto de una base ondulada que se apoya sobre la superficie provista de mechones del cepillo. Se utiliza el mismo tipo de cepillo y de bloque "Perspex" empleando en la figura 1, en este aparato simplificado. El bloque 14 se sostiene por
 10. un brazo pivotado alrededor de una varilla metálica horizontal 15, estando el centro del bloque a 127 mm. de la varilla. En el centro del bloque 14 se aplica un peso 16 de 998 gr., mientras que el soporte 13, y con él el cepillo 14 se desplaza con
 15. movimiento alternativo en una dirección perpendicular a la varilla 14, con una carrera de 69,9 mm. a razón de 5040 carreras por hora. Durante este movimiento, se dirige un chorro de agua desde el tubo 17 en dirección inferior, y a través de un ta-
 20. ladro del bloque 14, para lubricar su base. Después de 17,5 horas, se cuenta el número de mechones inutilizados por desgaste o por quedar abiertos, por ambas razones. Se considera que un mechón está inutilizado cuando ninguna de las cerdas o filamentos
 25. componentes tiene su punta o extremo en el plano de
 - 30.



270974

- las puntas o extremos de los filamentos o cerdas antes del ensayo. Para determinar esto lo más exactamente posible, se han insertado en el cepillo dos filas de mechones en una posición tal que
5. no se ponen en contacto con el bloque 14 durante el ensayo, y por tanto sus puntas permanecen a la misma altura antes y después del ensayo. Estos mechones que permanecían inafectados, no se contaron desde luego al calcular el número de mechones inutilizados y que figuran en la tabla siguiente.
- 10.

- La tabla muestra los resultados de experimentos llevados a cabo con monofilamentos de un diámetro estirado de 0,33 mm. y obtenidos por filatura en fusión de virutas o pedacitos de polipropileno con un contenido de 0,5 % en peso del producto obtenido condensando p-nonil fenol con acetona, polímero que poseía un contenido muy elevado de material isotáctico (como demostraba una fracción soluble en heptano frío, de menos del 0,5 % en peso antes de la incorporación del estabilizador). Los monofilamentos se estiraron haciéndolos pasar desde un conjunto de rodillos que se movía a una velocidad periférica de x pies/minuto a otra serie de rodillos que se movía a una velocidad periférica de y pies/minuto, siendo la relación $y : x$ el grado de estiraje indicado en la tabla. El medio de estirado era aire caliente en todos los casos, excepto cuando el estiraje se realizaba a una temperatura de 100°C, en cuyo caso se utilizaba vapor. El tratamiento térmico se llevaba a cabo en todos los casos enrollando
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

270974



- un cabo sencillo de monofilamento alrededor de cuatro barras paralelas igualmente separadas, dispuestas concéntricamente alrededor de una bobina cilíndrica con extremos en forma de pestaña; dichas barras estaban a la misma distancia del eje de la bobina, y el monofilamento encarretado (que estaba en contacto con las barras solamente y no con el árbol de la bobina) se colocaba en un horno de aire a la temperatura adecuada. En los casos en que se permitía la contracción, dos barras adyacentes se montaban en la parte interior hacia el árbol, en una proporción predeterminada, para permitir una contracción del 20 % en la longitud del monofilamento, estando éste fuera del contacto con el árbol. Este método de trabajo aseguraba el libre acceso del aire caliente a los monofilamentos. Solamente se usaron para la preparación de cepillos para el ensayo, las secciones de monofilamento que no estaban en contacto con las barras durante el tratamiento térmico.



TABLA QUE REPRESENTA EL PORCENTAJE DE MECH

		Térmicamente tratados a longitud constant										
		100°C.			120°C.			140°C.			160°C.	
		5	15	30	5	15	30	5	15	30	5	15
4.0	100	71	62	37	44	37	17	21	12	0	7	0
	125	66	--	42	50	--	23	19	--	0	12	--
	140	75	--	37	52	--	27	25	--	19	29	--
4.5	80	100	--	27	83	--	17	67	--	10	54	--
	100	66	--	31	33	--	10	0	--	0	0	--
	125	83	--	31	48	--	12	23	--	4	8	--
	140	100	--	35	100	--	21	77	--	15	35	--
5.5	80	79	71	--	62	52	--	37	23	--	12	12
	100	58	54	--	35	29	--	13	12	--	0	0
	125	75	48	--	48	33	--	25	0	--	7	0
	150	71	54	--	54	33	--	27	19	--	19	15
6.5	100	100	100	--	96	40	--	66	33	--	46	7
	125	100	100	--	89	33	--	71	29	--	37	15
7.6	100	100	100	--	100	100	--	87	71	--	21	12



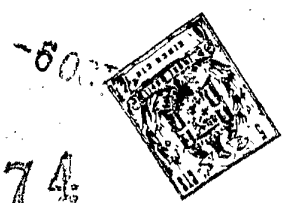
270974

NTAJE DE MECHONES FUERA DE ACCION.

Térmicamente trata-
dos permitiéndose
el 20% de contracción
en longitud

agitud constante.

No.	160°C.			100°C.		120°C.		Temperatura del trata- miento térmico.
	5	15	30	5	30	5	30	Tiempo del tratamiento térmico (minutos).
30	5	15	30	5	30	5	30	
0	7	0	0	12	0	4	0	
0	12	--	4	--	--	--	--	
19	29	--	21	0	8	4	0	
10	54	--	10	27	12	8	8	
0	0	--	4	4	7	0	0	
4	8	--	8	--	--	--	--	
15	35	--	13	13	17	12	8	
3	12	12	--	62	48	27	19	
2	0	0	--	44	46	10	4	
0	7	0	--	--	--	--	--	
9	19	15	--	71	54	33	17	
3	46	7	--	81	39	60	15	
9	37	15	--	--	--	--	--	
1	21	12	--	83	46	50	37	



270974

Al utilizarse "Brulon" 240 sometido a los mismos ensayos, el porcentaje de mechones fuera de acción varió de 8 a 13 %.

5. Cuando se sometieron a los mismos ensayos monofilamentos de polipropileno de diámetros es tirados de ^{0,127}0,279 y 0,686 mm. pudieron apreciarse las mismas tendencias en los resultados que los que se indican en la tabla.

10. Para obtener los mejores resultados de acuerdo con este invento, se prefiere utilizar un grado de estiraje de 4 a 5,5 y una temperatura para el mismo de como mínimo 80° C, aunque inferior a 130° C. Sin embargo, es posible obtener resultados prácticamente equivalentes en las mismas condiciones excepto por el empleo de temperaturas de estiraje inferiores a 80° C, si la velocidad de estirado es relativamente lenta, pero para el trabajo en escala comercial es conveniente una velocidad relativamente elevada, por ejemplo de 61,2 m. por minuto como mínimo y por esta razón se prefiere emplear temperatura de estiraje del orden indicado. Las velocidades elevadas de estiraje a temperaturas relativamente bajas, para el mismo, no son generalmente convenientes ya que tienden a dar por resultado "botones" que contienen las partes no estiradas de monofilamento, y las partes de mayor grueso impiden que los monofilamentos se manejen adecuadamente por el equipo convencional de llenado de los cepillos. El vapor a la presión atmosférica, es el medio de estirado preferido dados los excelentes resultados con él obteni-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



270974

- dos, junto con la conveniencia del trabajo. Cuando el monofilamento se conserva a longitud constante durante un tratamiento térmico, se obtienen muy buenas características de desgaste y recuperación, utilizando un grado de estiraje no superior a 6, en combinación con una temperatura de tratamiento térmico comprendida entre 120 y 160° C. Cuando el monofilamento se deja contraer durante el tratamiento térmico, en un 25 % de su longitud de estirado, tiene aquél una tendencia a que se formen bucles indeseables que lo hacen inconveniente para utilizarse en cepillos, si esta temperatura de tratamiento térmico es superior a 125° C. Sin embargo, se obtienen excelentes resultados, utilizando un grado de estiraje no superior a 6 en combinación con temperaturas de tratamiento térmico de 90 a 125° C, permitiendo al mismo tiempo que el monofilamento se contraiga hasta el 25% de su longitud estirada, durante el mencionado tratamiento térmico.
5. do un grado de estiraje no superior a 6, en combinación con una temperatura de tratamiento térmico comprendida entre 120 y 160° C. Cuando el monofilamento se deja contraer durante el tratamiento térmico, en un 25 % de su longitud de estirado, tiene aquél una tendencia a que se formen bucles indeseables que lo hacen inconveniente para utilizarse en cepillos, si esta temperatura de tratamiento térmico es superior a 125° C. Sin embargo, se obtienen excelentes resultados, utilizando un grado de estiraje no superior a 6 en combinación con temperaturas de tratamiento térmico de 90 a 125° C, permitiendo al mismo tiempo que el monofilamento se contraiga hasta el 25% de su longitud estirada, durante el mencionado tratamiento térmico.
10. una tendencia a que se formen bucles indeseables que lo hacen inconveniente para utilizarse en cepillos, si esta temperatura de tratamiento térmico es superior a 125° C. Sin embargo, se obtienen excelentes resultados, utilizando un grado de estiraje no superior a 6 en combinación con temperaturas de tratamiento térmico de 90 a 125° C, permitiendo al mismo tiempo que el monofilamento se contraiga hasta el 25% de su longitud estirada, durante el mencionado tratamiento térmico.
15. rior a 6 en combinación con temperaturas de tratamiento térmico de 90 a 125° C, permitiendo al mismo tiempo que el monofilamento se contraiga hasta el 25% de su longitud estirada, durante el mencionado tratamiento térmico.
20. Los monofilamentos tratados de acuerdo con este invento, son adecuados para utilizarse en todos los tipos de cepillos, por ejemplo cepillos para uñas, escobones y escobas.

N O T A
=====

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su prin



270974

cipio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de Patente presentada en Inglaterra N^o 35118/60 de 13 de octubre de 1.960, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y 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 OBTENCION DE MONOFILAMENTOS PERFECCIONADOS DE POLI PROPILENO "; caracterizándose por lo siguiente.

1^a.- Procedimiento de obtención de monofilamentos perfeccionados de polipropileno, caracterizado porque los monofilamentos de propileno isotáctico se estiran por lo menos al triple de su longitud primitiva y luego se tratan térmicamente a una temperatura inferior al punto de fusión del polímero, pero superior a 90° C; el grado de estiraje es suficientemente bajo en combinación con una temperatura suficientemente alta de tratamiento térmico, para dar por resultado un monofilamento de buenas propiedades de recuperación y de resistencia al desgaste.

2^a.- Procedimiento, según reivindicación 1^a, caracterizado porque los monofilamentos se estiran de 4 a 5,5 veces su longitud primitiva, a una temperatura de como mínimo 80° C pero inferior a 130° C.

3^a.- Procedimiento, según reivindicación 1^a o 2^a, caracterizado porque los monofilamentos se estiran en vapor a la presión atmosférica.

270974



- 4^a.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado, por que los monofilamentos se estiran a no más de seis veces su longitud primitiva, y luego se tratan térmicamente a una temperatura de entre 120 y 160^o C
5. mientras se mantienen a longitud constante.
- 5^a.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque los monofilamentos se estiran a no más de seis veces su longitud primitiva y luego se tratan térmicamente a una temperatura de 90 a 125^o C, mientras se dejan contraer hasta un 25 % de su longitud de estirado.
- 10.
- 6^a.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque los monofilamentos se estiran hasta 4,5 veces su longitud primitiva y luego se tratan térmicamente a una temperatura de 112^o C como mínimo, mientras se mantienen a longitud constante.
- 15.
- 20.
- 7^a.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque los monofilamentos se estiran hasta 5 veces su longitud primitiva y luego se tratan térmicamente a una temperatura de 120^oC, como mínimo, mientras se mantiene a longitud constante.
- 25.
- 8^a.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque los monofilamentos se estiran hasta 5,5 veces su longitud primitiva y luego se tratan térmicamente
- 30.

270974



a una temperatura de 128° C, como mínimo, mientras se mantienen a una longitud constante.

5. 9ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque por lo menos el 90 % en peso del polipropileno es insoluble en éter dietílico hirviendo, a la presión normal.

10. 10ª.- "Procedimiento de obtención de monofilamentos perfeccionados de polipropileno" tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

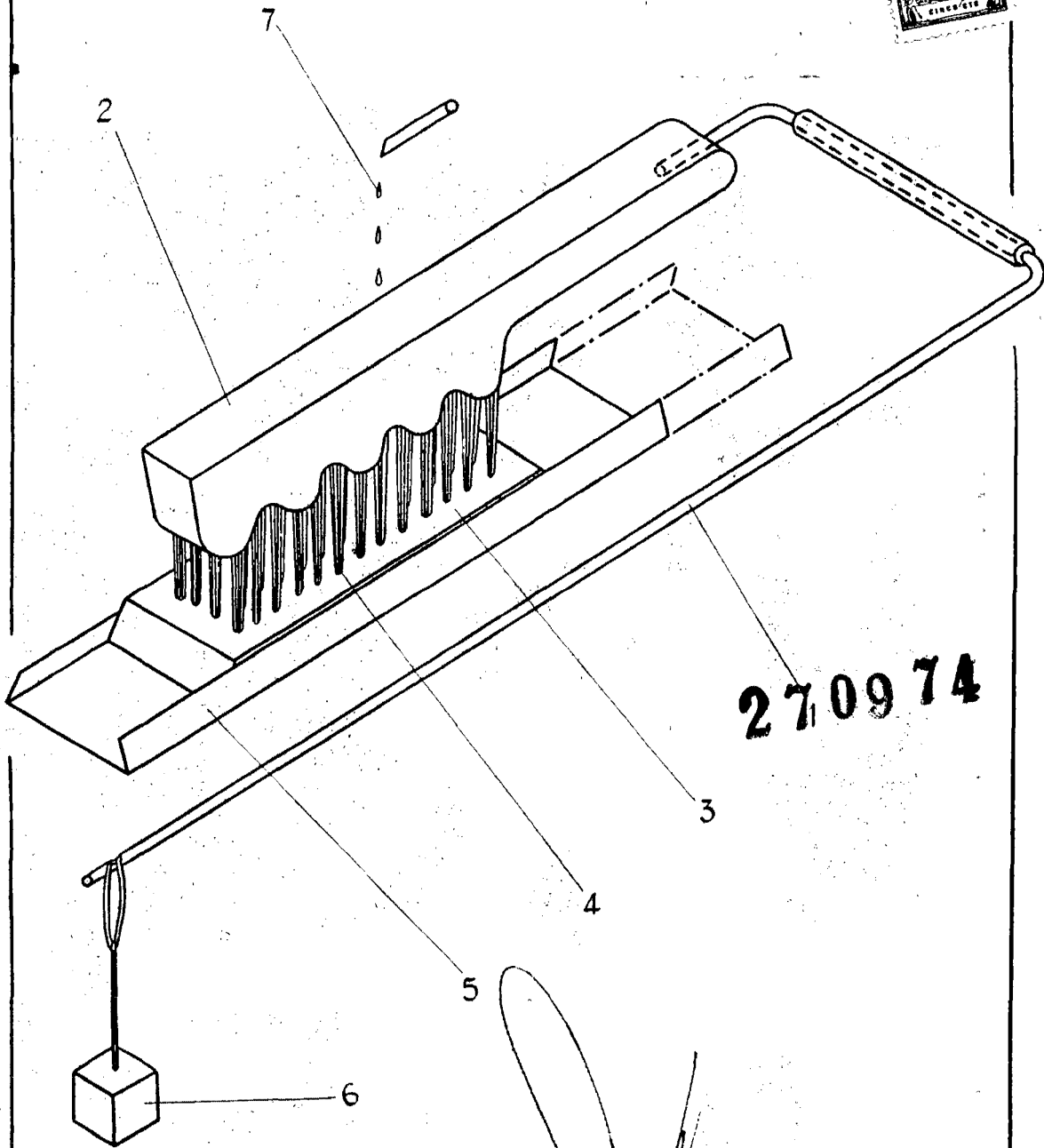
Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

GOMEZ ACEBO Y MODESTO

ESCALA VARIABLE

270974



270974

FIG. 1.

Madrid,

J. GÓMEZ ACEBO Y CAÑADA

1964

ESCALA VARIABLE

270974

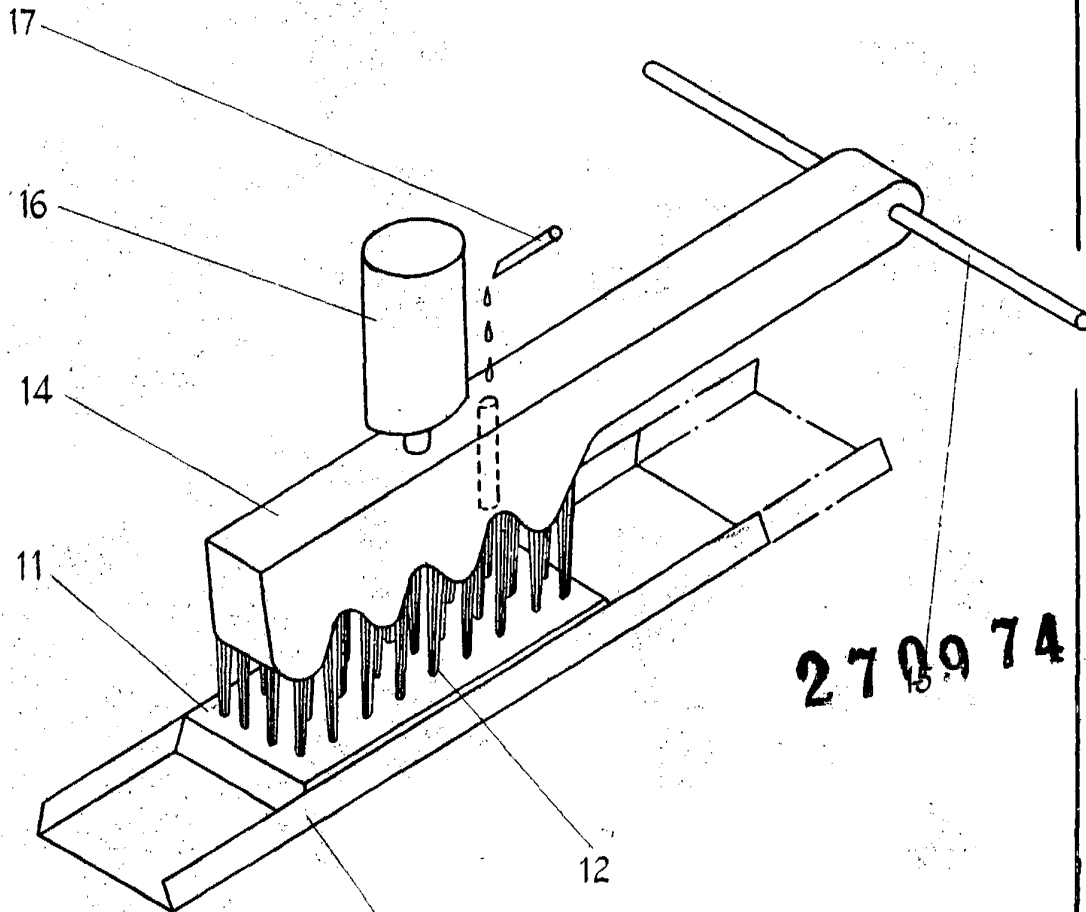


FIG. 2.

Madrid - 15 OCT 1961

J. GOMEZ ANDUJAR INVENTOR