

20



301 251

MEMORIA DESCRIPTIVA
que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "PROCEDIMIENTO

DE PRODUCCION DE FILAMENTOS E HILOS DE POLIMEROS

DE TEREFALATO DE POLIMETILENO"

a favor de

FIBER INDUSTRIES, INC.

domiciliado en Box 1414, Charlotte 1, North Caro-
lina, U.S.A.

PRIORIDAD: de la solicitud de patente estadounidense
se nº 293.182 del 5 de julio de 1.963.

INVENTORES: Roderick Bruce Macleod, de nacionalidad
británica, y Paul Paliyenko, de naciona
lidad canadiense.

301251

20



Esta invención se relaciona con la producción de materiales textiles y, más particularmente, filamentos, hilos y similares, dotados de secciones gruesas y delgadas irregularmente espaciadas.

5 El hilo textil que presenta bruscos cambios de denier a lo largo del mismo es útil para producir tejidos de aspecto ornamental. Para proporcionar este tipo de hilo, un método empleado con filamentos ó hilos de acetato de celulosa, tereftalato de polietileno y otros materiales termoplásticos, comprende el paso de los filamentos o hilos - alrededor de un rodillo accionado y calentado, de tal manera que sean calentadas secciones intermitentes del material, y la ulterior aplica-
10 ción de una tensión uniforme de estirado al material. Este método puede proporcionar un satisfactorio filamento o hilo grueso y delgado, pero es esencial usar equipo especial costoso y complicado para proporcionar el producto deseado. Por ejemplo, se necesita un tipo especial de rodillo que tenga su superficie dentada con canchales longitudinales - para calentar secciones intermitentes del hilo y, al mismo tiempo, constituye un requisito adicional un método complicado de suministro del -
15 hilo al rodillo calentado, tal como una barra alternativamente desplazable.

20 De acuerdo con la presente invención, se producen filamentos e hilos de polímeros de tereftalato de polimetileno dotados de secciones gruesas y delgadas irregularmente espaciadas, alargando filamentos o hilos de los polímeros citados sin estirar, de 2,8 a 3,6 veces la longitud original a una temperatura del orden de 15°C a la temperatura de transición de segundo orden del material, a velocidades de estirado del orden de 75 a 1600 pies por minuto (22,86 a 487,66 m por mi-
25 nuto). Se ha realizado el sorprendente descubrimiento de que, bajo las condiciones antes descritas, pueden obtenerse directamente filamentos e hilos dotados de porciones gruesas y delgadas irregularmente espaciadas, sin ninguna operación de tratamiento adicional. Además, los teji-
30

301251²⁰



5 dos que contienen tales filamentos o hilos exhiben deseables efectos ópticos variables después de una sola operación de teñido. Los tejidos así producidos con un diseño superficial irregular atractivo pueden emplearse en la producción de vestidos, paños, tapicerías y otros artículos.

10 La operación de alargamiento puede llevarse a cabo sobre filamentos o hilos de polímeros de tereftalato de polimetileno sin estirar a los que se ha dejado enfriar y solidificar después de su producción por hilado de masa fundida, usando cualquier aparato y procedimiento deseados. Por ejemplo, los filamentos o hilos pueden enrollarse desde un rodillo a otro, girando el segundo rodillo a una velocidad superior a la del primero a fin de alargar los filamentos o hilos en 2,8 a 3,6 veces, y preferiblemente de 3,0 a 3,5 veces, su longitud original. Se ha observado que si los filamentos o hilos de polímeros de tereftalato de polimetileno sin estirar son alargados en menos de 2,8 veces su longitud original bajo las condiciones anteriormente prescritas, se obtiene un producto indeseable que es excepcionalmente pobre en cuanto a las propiedades físicas de las fibras. Por otra parte, si los filamentos o hilos sin estirar son alargados en más de 3,6 veces su longitud original bajo las mismas condiciones, se obtiene una fibra uniforme sin las deseadas porciones gruesas y delgadas irregularmente espaciadas.

25 Como anteriormente se indica, es esencial en el procedimiento de la invención mantener la temperatura de los filamentos o hilos alargados igual o por debajo de la temperatura de transición de segundo orden del material sin estirar. La expresión "temperatura de transición de segundo orden", tal como aquí se emplea, se define en "Fibres from Synthetic Polymers", de R. Hill, Elsevier Publishing Company, Nueva York, 1953, página 322. Para el polímero de tereftalato de etileno glicol sin estirar, no cristalino, la temperatura de transición

30

301251



de segundo orden es de 69°C y para el polímero sin estirar cristalino es de 81°C.

5 La birrefringencia de los materiales sin estirar usados en el procedimiento puede oscilar entre 0,0005 y 0,011, siendo preferiblemente del orden de 0,007 a 0,009. La birrefringencia de una estructura polímera que presenta un eje longitudinal depende principalmente de la orientación de las moléculas polímeras a lo largo del citado eje y es una medida conveniente de tal orientación. La birrefringencia, que se denomina también índice específico de birrefringencia, puede medirse mediante la técnica de retardamiento descrita en la obra antes citada, en sus páginas 266 a 268, usando un microscopio polarizador con portaobjetos giratorio, junto con un analizador de cápsula y cuña de cuarzo. La birrefringencia se calcula dividiendo el medido retardamiento por el medido grosor de la estructura, expresado en las mismas unidades que el retardamiento.

15 Usando un hilo convencional sin estirar, con una birrefringencia del orden de 0,007 a 0,009, si la temperatura del hilo excede de 70°C, pueden destruirse las características de grosor y delgadez del resultante producto. La temperatura mínima usada en el alargamiento está determinada por aspectos económicos prácticos y generalmente, no desciende por debajo de 15°C, y deseablemente no es inferior a la temperatura ambiente. La temperatura preferida oscila entre 30 y 65°C. Cuando se alarga a temperaturas superiores a la ambiente, puede suministrarse calor al material a alargar antes de realizar esta operación o bien puede calentarse el aparato de alargamiento, tal como los rodillos. Otro método de suministro de calor al material consiste en pasar el material no estirado sobre una placa de metal no calentada, cuando la fricción causada por el íntimo contacto del material con la placa metálica proporciona suficiente calor. El nivel preferido de temperatura de 30 a 69°C permite la más alta velocidad posible de alargamiento.

301251



5 y puede proporcionar por consiguiente ventajas económicas en la producción, respecto a las temperaturas inferiores. Debe destacarse, naturalmente, que si el material no estirado que se emplee en el procedimiento es de naturaleza cristalina, pueden tolerarse temperaturas más altas, por ejemplo superiores a 69°C y tan elevadas como de 81°C, en el caso de polímero de tereftalato de etileno glicol. Sin embargo, no puede rebasarse la temperatura de transición de segundo orden del hilo sin estirar, en ningún caso, para obtener el deseado producto del procedimiento de la invención.

10 Las velocidades de alargamiento que pueden emplearse oscilan entre 75 pies por minuto (22,86 metros por minuto) y 1600 pies por minuto (487,66 metros por minuto), dependiendo de la temperatura del material que se esté alargando. A las preferidas velocidades de alargamiento de 1100 a 1500 pies por minuto (335,27 a 457,15 metros por minuto), ha de tenerse considerable cuidado para evitar un excesivo incremento de temperatura, es decir por encima de 69°C, en el caso de polímero de tereftalato de etileno glicol, debido a la fricción del hilo en contacto con el aparato. La expresión "velocidad de alargamiento", tal como aquí se emplea, significa el ritmo a que es retirado el producto final del punto donde se aplica la tensión de alargamiento, es decir el rodillo de alargamiento.

15 El procedimiento de la invención puede aplicarse al tratamiento de un solo filamento continuo ó a un grupo de ellos ó hilo. Cuando se trate un hilo, es mejor que no exceda de 10.000 denier, siendo los hilos más útiles inferiores a 4.000 denier y preferiblemente inferiores a 1.000 denier. El denier de los filamentos puede oscilar entre 0,5 ó menos y 50 ó más.

20 Después de la operación de alargamiento, el resultante producto puede estabilizarse sometiéndolo a un tratamiento térmico a temperatura del orden de 100 a 280°C y preferiblemente de 200 a 220°C, -



30 251

5 durante un período de tiempo suficiente para proporcionar un hilo relaja-
jado. La finalidad de este tratamiento térmico u operación de relaja-
miento es la de proporcionar un hilo que no se contraiga en más del 10%
y preferiblemente lo haga en menos de 5%, de la longitud original. El
espacio de tiempo del tratamiento térmico es proporcional a la tempera-
tura usada, es decir a temperaturas inferiores puede tolerarse un tra-
tamiento térmico más prolongado, pero a temperaturas superiores se em-
plea un período de tiempo de exposición más corto. Por ejemplo, el ma-
terial puede tolerar un calentamiento a 100°C durante 15 minutos y más,
10 si se desea, sin apreciables efectos nocivos; sin embargo, a tempera-
turas de tratamiento térmico de 280°C, el tiempo de permanencia no de-
be exceder de 0,01 segundo. El tratamiento térmico puede efectuarse,
por ejemplo, mediante vaporización, calor infrarrojo, calor dieléctrico
o paso del hilo a través de fluidos inertes calientes.

15 El polímero formador de fibras puede prepararse mediante el
procedimiento convencional de policondensación de un glicol alquiléni-
co que contenga de 2 a 10 átomos de carbono con ácido tereftálico ó un
derivado del mismo formador de éster, polimerizándose luego el produc-
to resultante. El preferido polímero de tereftalato de polimetileno -
20 usado para preparar los filamentos o hilos sin estirar empleados en el
procedimiento de la invención es el polímero de tereftalato de polieti-
leno glicol, especialmente uno que tenga una viscosidad intrínseca de
0,2 a 1,0 decilitros por gramo, preferiblemente de 0,4 a 0,8 decilitros
por gramo, medida en solución en orto-clorofenol.

25 Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

Ejemplo 1

30 Se hila con masa fundida un polímero de tereftalato de eti-
leno glicol de una viscosidad intrínseca del orden de 0,50 a 0,70 deci-
litros por gramo (medida en orto-clorofenol) y se recoge como hilo de
36 filamentos de denier 270, con una birrefringencia de 0,0082. Se pasa

20



301251

este hilo en contacto friccional a través de una placa metálica y desde ella alrededor de rodillos adecuados a temperatura ambiente (21°C) para alargar el hilo en 3,5 veces su longitud original. La velocidad superficial del segundo rodillo, que es la velocidad de alargamiento, es de 1500 pies por minuto. La temperatura del hilo durante el alargamiento no excede de 65°C. El resultante hilo es recogido en una bobina y presenta las siguientes propiedades:

denier medio por número de filamentos	78/36
torsión, promedio de vueltas por pulgada (25,4 mm)	0
contracción, % a 100°C	21
variabilidad de denier (Uster) %	18
tenacidad, gramos por denier	4,2
alargamiento, %	98
lustre	semi-mate
espaciamiento de porciones gruesas (Mechones)	irregular
número de porciones gruesas (mechones) por 100 yardas (91,44 m)	130
longitud de los mechones, en pulgadas	0,5 a 10
denier máximo típico	270
filamentos rotos	ninguno
filamentos con bucles	ninguno

El producto en hilo se teje en un género que corresponde a un efecto de "shantung (seda) liso" ó "douppioni liso". En una sola operación de teñido, las porciones gruesas del hilo proporcionan una tonalidad más oscura que las porciones delgadas, ofreciendo así un atractivo diseño superficial irregular al tejido.

Ejemplo 2

Se hila con masa fundida un polímero de tereftalato de etileno glicol de una viscosidad intrínseca del orden de 0,50 a 0,70 deci litros por gramo (medida en orto-clorofenol) y se recoge como hilo de 60 filamentos de 270 denier, con una birrefringencia de $8,2 \times 10^{-3}$. Se



301251

5
10
pasa el hilo alrededor de rodillos adecuados mantenidos a 65°C y dis-
puestos para alargar aquel en 3,0 veces su longitud original. La velo-
cidad superficial del segundo rodillo es de 1500 pies por minuto (457,18
m² por minuto), que es la velocidad de alargamiento. La temperatura
del hilo no excede de 69°C durante el procedimiento de alargamiento.
El producto en forma de hilo se pasa a través de un horno de aire ca-
liente a una temperatura de 210°C durante un tiempo de permanencia de
0,1 segundo, recogiéndose luego en una bobina. Las propiedades físicas
del hilo y del tejido acabado son similares a las de los productos des-
criptos en el ejemplo 1, con la excepción de que la contracción mostra
da por el hilo era notablemente inferior a la del hilo producido según
el ejemplo 1.

15
20
25
La importancia de mantener las condiciones de alargamiento
dentro de los límites prescritos puede demostrarse por el hecho de que
el hilo usado en el ejemplo 2, al alargarse sobre rodillos mantenidos
a 70°C en 3,5 veces su longitud original, manteniéndose siempre la tem-
peratura del hilo en 70°C, da una fibra uniforme con sólo pequeñas can-
tidades de porciones gruesas de hilo en una distribución uniforme. El
tejido confeccionado con este hilo no ofrece el atractivo diseño super
ficial existente en tejidos confeccionados con el hilo del ejemplo 2 y
al teñirse, muestra la condición definida como motas del tinte. De nue
vo, si se alarga el hilo sólo en 2,7 veces su longitud original, se ob
tienen longitudes indeseablemente extensas de secciones gruesas en los
hilos, con una distribución poco uniforme de secciones delgadas. Las
propiedades físicas de este hilo son excepcionalmente deficientes para
producir un tejido acabado.

Ejemplo 3

30
Se hila con masa fundida un polímero de tereftalato de eti-
leno glicol de una viscosidad intrínseca del orden de 0,40 a 0,80 deci-
litros por gramo (medida en orto-clorofenol) y se recoge como hilo de



301251

5
10
60 filamentos de 270 denier, con una birrefringencia de $8,2 \times 10^{-3}$, se aplica al hilo una emulsión al 1,3% que contiene una mezcla de aceite mineral, estearato de etilo y un agente emulsionador de acción superficial, mientras pasa aquél alrededor de adecuados rodillos mantenidos a 65°C para alargarlo en 3,5 veces su longitud original. La velocidad superficial del segundo rodillo (velocidad de alargamiento) es de 1200 pies por minuto (365,74 m por minuto) y la temperatura del hilo no excede de 69°C durante el alargamiento. Las propiedades físicas del hilo y tejido confeccionado con él son similares a los productos descritos en el ejemplo 1.

Ejemplo 4

15
20
25
Se hila con masa fundida un polímero de tereftalato de etileno glicol de una viscosidad intrínseca del orden de 0,40 a 0,80 decilitros por gramo (medida en orto-clorofenol) y se recoge como hilo de 36 filamentos de 230 denier, de una birrefringencia de $8,2 \times 10^{-3}$. Se aplica una emulsión al 1,3% que contiene una mezcla de aceite mineral, estearato etílico y un agente emulsionador de acción superficial, al hilo mientras pasa alrededor de adecuados rodillos mantenidos a 65°C para alargarlo en 3,0 veces su longitud original. La velocidad superficial del segundo rodillo (velocidad de alargamiento) es de 175 pies por minuto (53,33 m por minuto) y la temperatura del hilo no excede de 69°C durante el alargamiento. Las propiedades físicas del hilo y del tejido confeccionado con él son similares a las de los productos descritos en el ejemplo 1.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

30
1. Procedimiento de producción de filamentos e hilos de polímeros de tereftalato de polimetileno, dotados de secciones gruesas y delgadas irregularmente espaciadas, que comprende el alargamiento de

301251



5 un filamento o hilo de polímero de tereftalato de polimetileno sin es-
tirar, de una birrefringencia de 0,0005 a 0,011, en 2,8 a 3,6 veces su
longitud original, a una temperatura del orden de 15°C a la temperatu-
ra de transición de segundo orden de dicho material sin estirar, a una
velocidad de alargamiento de 75 a 1.600 pies por minuto (22,86 a 487,66
metros por minuto).

10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el
filamento ó hilo está compuesto de polímero de tereftalato de etileno
glicol.

10 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, en el
que el filamento ó hilo es alargado entre 3,0 y 3,5 veces su longitud
original.

15 4. Procedimiento según cualquiera de las anteriores rei-
vindicaciones, en el que el filamento o hilo es alargado mientras se
encuentra a una temperatura de 30 a 65°C.

15 5. Procedimiento según cualquiera de las anteriores rei-
vindicaciones, en el que el filamento o hilo es alargado a una veloci-
dad de 1.100 a 1.500 pies (335,27 a 457,18 metros) por minuto.

20 6. Procedimiento según cualquiera de las anteriores rei-
vindicaciones, en el que el filamento o hilo es tratado luego térmica-
mente a una temperatura de 100 a 280°C durante un período de tiempo su-
ficiente para proporcionar un hilo relajado.

25 7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que el
filamento o hilo es tratado térmicamente a una temperatura de 200 a
220°C.

30 8. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha
de recaer la Patente de Invención que se solicita "PROCEDIMIENTO DE
PRODUCCION DE FILAMENTOS E HILOS DE POLIMEROS DE TEREFALATO DE POLI
METILENO".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente

20



301251

memoria descriptiva que consta de once páginas mecanografiadas.

Madrid, 20 de junio de 1.964

ALFONSO UNGRIA

P.P.

5

10

15

20

25

30