

304106



1965

3 04,106 .

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

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormals Meister Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M) Hoechst (República Federal Alemana), por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ESTRUCTURAS CON FORMA PARTIENDO DE POLI-BETA-METIL-BETA-BUTIROLACTAMA".

- - - - -

Memoria descriptiva

Se sabe ya fabricar soluciones de hilatura, fácilmente filtrables y estables, de poli-beta-lactamas, en especial de poli-beta-metil-beta-butirolactama o de copolímeros de beta-lactamas, empleando como disolventes soluciones alcohólicas de rodanuro de calcio.

5

Se ha descubierto ahora que pueden fabricarse estructuras con forma partiendo de poli-beta-metil-beta-butirolactama disolviendo el polímero en un disolvente que, a la tem



1965

304106

peratura ambiente, es sólido o líquido y tiene un alto punto  
10 de ebullición, a temperaturas inferiores a 235°C, en un ex-  
trusor, hasta obtener una solución al 30-70%, dándole forma  
luego a la solución y estirando a continuación las estructu-  
ras formadas. Si se emplean disolventes que son sólidos a la tem-  
peratura ambiente, como, por ejemplo, alcohol p-clorobencí-  
15 lico, carbonato de etileno o epsilon-caprolactama, se prepara  
una mezcla homogénea seca de disolvente y polímero, que puede  
disolverse y recibir forma en extrusores de uno o más torni-  
llos, en una fase de trabajo.

    Pero también pueden emplearse disolventes líquidos como,  
20 por ejemplo, alcoholes bencílicos, tetrametilenosulfona,  
sulfóxido de dimetilo, que disuelven las poli-beta-lactamas  
sólo a temperaturas aumentadas y cuyas soluciones se soli-  
difican después de enfriarlas. Tales soluciones solidifi-  
cadas reciben la forma de cintas y éstas se transforman en  
25 recortes que son apropiados para elaborar hilos en el ex-  
trusor. La elaboración para obtener estructuras con forma  
en el extrusor se realiza a temperaturas inferiores a 235°C.  
Es conveniente mojar los hilos recién hilados, antes de bo-  
binarlos, con un preparado que contenga silicona, puesto que  
30 de otro modo los hilos tienden a pegarse entre sí.

    Los hilos así hilados, antes o después del estirado, pe-  
ro preferiblemente antes del estirado, son libertados por la-  
vado con agua o con un disolvente de bajo punto de ebullición,  
total o parcialmente, de su contenido en disolvente de alto  
35 punto de ebullición. A este respecto, el lavado se realiza  
ventajosamente sobre los hilos bobinados.

    El estiramiento de los hilos fabricados de acuerdo con



1965

el invento se realiza a temperaturas aumentadas, preferible-  
mente a temperaturas entre 150 y 220°C y ello hasta 2 a 6  
40 veces su longitud original. Sin embargo, es conveniente rea-  
lizar el estiramiento de los hilos hilados en estado de hin-  
chamiento incipiente. Esto se consigue, por ejemplo, haciendo  
pasar los hilos hilados a través de un baño de agua fría y  
estirándolos a continuación a las temperaturas indicadas, mien-  
45 tras que se encuentran aún en estado húmedo.

Ejemplo 1

1 parte de poli-beta-metil-beta-butirolactama de grano  
fino ( $\eta_{rel} = 20$ ) se mezcla íntimamente con 1 parte de epsi-  
lon-caprolactama en polvo. La mezcla bien seca se funde en  
50 el extrusor a 220°C y se filtra en el cabezal de hilatura si-  
guiente por medio de una bomba de engranajes a través de fil-  
tros de arena y metal. Simultáneamente, la solución muy vis-  
cosa es calentada a 225°C y forzada a través de una hilera de  
12 agujeros ( $\emptyset$  de agujero = 250 micras). Los hilos, plásticos  
55 al principio, se solidifican en el pozo de descenso y, antes  
de bobinarlos, se mojan en la máquina de hilar con un prepara-  
do de hilatura que contiene silicona.

Cantidad impulsada: 25 g/min = 7 min. de tiempo de per-  
manencia en el extrusor

60 Retirada del hilo: 900 m/min.

Los hilos así hilados se llevan a través de un baño de agua  
fría y, todavía en estado mojado, se estiran haciéndolos pasar  
sobre una placa metálica calentada a 220°C hasta 4,5 veces su  
longitud original. Los hilos estirados se enrollan sobre cuer-  
65 pos de bobina perforados y se lavan con agua a 70°C durante  
15 minutos y se secan durante 30 minutos a 100°C.



Título del hilo así obtenido: 24 den.  $\eta_{sp}/c$   
Resistencia a la rotura: 2,5 g/den.  
Alargamiento a la rotura: 16%

70 Ejemplo 2

10 partes de poli-beta-metil-beta-butirolactama de grano fino ( $\eta_{sp}/c$  rel = 16) se mezclan íntimamente con 14 partes de alcohol p-clorobencílico. La mezcla bien seca se funde en el extrusor a 190°C y se filtra en el cabezal de hilatura siguiente por medio de una bomba de engranajes a través de filtros de arena, calentándose la solución muy viscosa a 210°C y forzándose a través de una hilera de 6 agujeros ( $\phi$  de agujero = 180 micras). Los hilos, plásticos al principio, se solidifican en el pozo de descenso y se humedecen antes de bobinarlos, en la máquina de hilatura, con un preparado de hilatura que contiene silicona.

Cantidad impulsada: 30 g/min = 5 min. de tiempo de permanencia en el extrusor

Retirada del hilo: 500 m/min.

85 Los hilos así hilados se hacen pasar a través de un baño de metanol frío y, todavía en estado húmedo, se estiran haciéndolos pasar sobre una placa metálica calentada a 170°C, hasta 4,5 veces su longitud inicial.

90 Los hilos estirados se arrollan sobre cuerpos de bobina perforados y se extraen con metanol durante 15 minutos y se secan a 100°C durante 30 minutos.

Título del hilo obtenido: 50 den.

Resistencia a la rotura: 2,2 g/den.

Alargamiento a la rotura: 18%



1965

95

Ejemplo 3

100

10 partes de poli-beta-metil-beta-butilolactama ( $\eta$  rel = 12) se disuelven homogéneamente en 20 partes de tetrametilenosulfona a 180°C. La solución fría solidificada, con adición de ácido carbónico sólido, se muele hasta obtener un polvo parecido a granalla. El polvo bien seco se funde en el extrusor a 200°C y, por medio de una bomba de engranajes, se filtra a través de un filtro de arena y de metal y, a la misma temperatura, se fuerza a través de una hilera de 25 agujeros ( $\emptyset$  de agujero = 200 micras).

105

El hilo, al principio plástico, se solidifica en el pozo de descenso y, antes de bobinarlo, se moja en la máquina de hilar con un preparado de hilatura que contiene silicona.

Cantidad impulsada: 40 g/min = 4 min. de tiempo de permanencia en el extrusor

110

Retirada del hilo: 100 m/min.

El hilo así hilado se hace pasar por un baño de agua fría y, todavía mojado, se estira haciéndolo pasar sobre una placa metálica calentada a 180°C, hasta 4,5 veces su longitud original. El hilo estirado se lava durante 30 min. con agua a

115

100°C sobre cuerpos de bobina perforados y se seca a 100°C durante 30 minutos.

Título del hilo obtenido: 250 den.

Resistencia a la rotura: 2,3 g/den.

Alargamiento a la rotura: 20%

120

Esta solicitud corresponde a la presentada en Alemania el 18 de Septiembre de 1.963 bajo el número F 40 784 IVc/29b, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.



125

REIVINDICACIONES

304106

130

1). Un procedimiento para la fabricación de estructuras con forma partiendo de poli-beta-metil-beta-butirolactama, caracterizado porque el polímero se disuelve, en un disolvente que a la temperatura ambiente es sólido o líquido y tiene un elevado punto de ebullición, a temperaturas de menos de 235°C en un extrusor hasta obtener una solución al 30-70%, la solución recibe forma a continuación y las estructuras formadas se bobinan, estiran y luego se vuelven a bobinar.

135

2). Un procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado porque los hilos recién hilados se mojan, antes de bobinarlos, con un preparado que contiene silicona.

3). Un procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado porque el disolvente es expulsado total o parcialmente por lavado antes o después del estirado.

140

4). Un procedimiento según las reivindicaciones 1) a 3), caracterizado porque el estirado de las estructuras obtenidas se realiza a temperaturas aumentadas, preferiblemente a temperaturas entre 150 y 220°C.

145

5). Un procedimiento según las reivindicaciones 1) a 4), caracterizado porque el estirado de los hilos se realiza en estado de hinchamiento incipiente.

6). UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ESTRUCTURAS CON FORMA PARTIENDO DE POLI-BETA-METIL-BETA-BUTIROLACTAMA.

150

Esta Memoria consta de seis hojas foliadas y mecanografiadas por un sólo lado de sus caras.

Madrid, 16 de Septiembre de 1.964