

306862



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

por "PROCEDIMIENTO PARA OBTENER FILAMENTOS Y FIBRAS MIXTOS A PARTIR DE POLIMEROS VINILICOS", a favor de la firma italiana ACSA - Applicazioni Chimiche S.p.A., domiciliada en 20 corso Europa, Milan (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a fibras textiles sintéticas y particularmente a un filamento o hebra continuo obtenido de cloruro de polivinilo de índice sindiotáctico (IS) elevado, de caracter compuesto y con capacidad potencial de rizado, así como al procedimiento para su obtención.

La expresión "filamento y hebra continuos y compuestos, de índice sindiotáctico elevado y capacidad potencial de rizado" se usa para describir un filamento de cloruro



306862

- de polivinilo de alto índice sindiotáctico, cuya sección transversal presenta por lo menos dos zonas adyacentes, formadas por polímeros que difieren entre si respecto a las propiedades químicas y/o físicas y que tienen la capacidad
5. de rizarse por obra de un simple tratamiento térmico realizado en agua hirviente o bajo vapor o cualquier otro fluido caliente, a causa de las diferentes características de estabilidad dimensional frente al calor que poseen los diversos componentes.
10. La expresión "cloruro de polivinilo de índice sindiotáctico elevado", tal como se usa en esta descripción y en las reivindicaciones, se refiere a homopolímeros de cloruro de polivinilo preparados a temperatura baja, comprendida preferentemente entre unos 0°C y unos -60°C, que tienen
15. un índice sindiotáctico mayor de 1,6 (el índice sindiotáctico se define por el coeficiente de absorción entre las bandas infrarrojas D 635 y D 692 cm^{-1} , tal como describe Burleigh en J.A.C.S. 82, página 749), lo mismo que a sus copolímeros y sus mezclas que contengan por lo menos 85% en peso de
20. cloruro de vinilo.
- Es bien sabido que los filamentos sintéticos al salir de la hilera son lisos y rectos y, por lo tanto, inadecuados para tratamiento textil subsiguiente, como carda, hilatura, etc., ya que, como se sabe, para dichos tratamien-
25. tos textiles los filamentos deben tener cierta ondulación, rizo o encrespamiento.



306862

En la práctica textil se han realizado muchos intentos para producir un filamento sintético con un rizo que lo haga parecer a las fibras naturales y particularmente a semejarse a la lana.

5. Hasta ahora esto se ha llevado a cabo de diversos modos, por ejemplo mediante un rizado mecánico de los filamentos.

10. Sin embargo el rizo así obtenido ha resultado hallarse en un solo plano y ser irreversible, por lo cual se elimina en el proceso textil subsiguiente o, por ejemplo, durante la operación del tinte.

15. Recientemente se ha sugerido impartir a las fibras sintéticas un encrepamiento espiral por el procedimiento de extruir por el mismo orificio de la hilera dos o más materiales diferentes. El rizado que adquieren las fibras procediendo según esta técnica está causado por el encogimiento diferencial de los componentes poliméricos, bajo la acción del calor, después de su hilatura y estiraje.

20. Para llevar a la práctica esta técnica es antetodo necesario que los dos o más materiales que forman la fibra tengan suficiente encogimiento diferencial bajo la acción del calor y que además no manifiesten tendencia alguna a separarse.

25. Esta técnica no puede aplicarse al cloruro de polivinilo corriente, ni explotando, por ejemplo, la diferencia de peso molecular entre los componentes, ni utilizando los



306862

diferentes copolímeros del cloruro de polivinilo a otros polímeros formadores de fibra conocidos, ya sea a causa de las ligeras diferencias en la estabilidad dimensional de los componentes, ya sea por la incompatibilidad del cloruro de polivinilo con los otros polímeros formadores de fibra.

5.

Ahora la peticionaria ha descubierto, y esto constituye el objeto del invento aquí expuesto, que es posible obtener un filamento compuesto y rizado de cloruro de polivinilo que tenga un rizado tridimensional (es decir, en forma de espiral) que es permanente o en todo caso reversible, o sea que se forma después de haber sido estirado, por simple tratamiento térmico, mediante extrusión por el mismo orificio extrusor, dos o más tipos de polímeros de cloruro de vinilo con índices sindiotácticos diferentes.

10.

15.

El encrepamiento está causado por la diferente estabilidad dimensional frente al calor de los componentes individuales, y el efecto de ello es un rizado en forma de espiral, uniforme y reversible, que permite una excelente elaboración de los filamentos en las máquinas textiles y da

20.

por resultado hilos de gran capacidad de cobertura, suavidad y volumen.

Los polímeros en cuestión que resultan aptos para obtener las fibras objeto de este invento son los de índice sindiotáctico elevado, obtenidos por polimerización a temperatura baja y que dan fibras dotadas de una estabilidad dimensio-

25.

L7L10



306851

nal frente al calor que depende de la temperatura a que se hayan obtenido los polímeros.

En la tabla 1 se exponen las relaciones existentes entre la temperatura de polimerización del polímero y el encogimiento en agua hirviente de las fibras obtenidas por hilatura húmeda a partir de una solución de ciclohexanona, extruidas en baño de coagulación constituido por una mezcla de ciclohexanona, alcohol etílico y agua y que luego se estiran en agua hirviente con una relación de estiraje de 1:8.

	Temperatura de polimerización	Encogimiento en agua hirviente
15.	+ 50°C	alrededor del 50%
	- 10°C	" " 15%
	- 15°C	" " 12%
20.	- 30°C	" " 10%
	- 40°C	" " 7%

El encogimiento se midió a base de las variaciones de longitud, en porcentaje, de una madeja de filamento después de



306862

haberla sumergido en agua hirviente durante 5 minutos, según la fórmula:

$$\frac{Li - Lf}{Li} \cdot 100$$

5.

donde Li = longitud inicial del filamento antes de la inmersión en agua hirviente; y Lf = longitud del filamento después de haberlo inmergido en agua hirviente durante 5 minutos.

10.

A consecuencia de esta distinta capacidad de contracción frente al calor que muestran los polímeros de cloruro de polivinilo, cuando se extruyen por el mismo orificio extrusor de la hilera, simultáneamente, dos soluciones para hilar que tienen en esencia la misma viscosidad absoluta, pero que se han preparado con dos polímeros diferentes, por ejemplo el uno obtenido a -40°C y el otro a -15°C , las fibras compuestas resultantes se rizan, al ser tratadas con calor, confiriendo a los diversos cabos un encrespamiento tridimensional uniforme.

15.

20.

Durante el tratamiento textil, dicho encrespamiento tiene tendencia a desaparecer, por la acción de los estiramientos que han de asegurar los cabos; sin embargo, se restablece por completo después de un tratamiento térmico subsiguiente, como puede ser, por ejemplo, el tinte o la simple ebullición o calentamiento.

25.



306862

- Puede lograrse un encrespamiento permanente y reversible mediante un tratamiento térmico en una o más fases sucesivas alternadas con estiramiento, según los tratamientos o según el proceso ulterior a que deban someterse las fibras así obtenidas.
5. Esta técnica se realiza satisfactoriamente de acuerdo con este invento empleando dos polímeros de cloruro de vinilo que tengan índices sindiotácticos diferentes, gracias a la perfecta compatibilidad que presentan estos polímeros uno con otro.
10. Los diversos componentes pueden colocarse lado a lado, de modo que todos los componentes contenidos en la fibra o el filamento sintéticos formen por lo menos una parte de la sección transversal de los cabos. Otra disposición es la llamada de "cáscara y núcleo", en la que uno o más componentes están rodeados completamente por otro componente.
15. Una modalidad preferida y conveniente para la producción de las nuevas fibras y los nuevos filamentos de este invento consiste en hilar simultáneamente soluciones de dos o más polímeros de cloruro de vinilo con índice sindiotáctico elevado, obtenidos a temperaturas de polimerización diferentes, ya sea por el método seco o por el método húmedo, con estiraje subsiguiente a fin de formar un filamento compuesto en el que los diversos polímeros estén dispuestos lado a lado.
- 20.
- 25.

306362



Se ha comprobado que para producir un encrespamiento permanente de la estructura compuesta objeto de este invento los polímeros usados para la producción de dichas estructuras deben tener un encogimiento diferencial, causado en el polímero extruido y estirado, del 2% por lo menos, aunque pueden lograrse resultados perfectamente satisfactorios aún cuando el encogimiento diferencial sea únicamente del 1%.

Las fibras compuestas rizadas que así se obtienen conservan todas las ventajas de las fibras de cloruro de polivinilo con índice sindiotáctico elevado, en comparación con las de cloruro de polivinilo normal, como por ejemplo gran tenacidad (más de 2,5 gr/den.), encogimiento en agua hirviente menor del 2%, excelente resistencia a los disolventes orgánicos utilizados para el lavado en seco, como por ejemplo el tricloroetileno, el percloroetileno, etc., la posibilidad de teñir con colorantes dispersos en ebullición, etc.

A fin de ilustrar más claramente la idea de este invento se exponen los ejemplos que siguen, en los cuales las fibras se han obtenido según las técnicas conocidas.

EJEMPLO 1.

100 partes en peso de cloruro de polivinilo de índice sindiotáctico elevado, obtenido polimerizando el cloruro de vinilo a -40°C y que tiene una viscosidad intrínseca



7 D

306862

$[\eta] = 1,3$ gr/dl, se disuelven a 135°C y agitando, durante 30 minutos, en 450 partes en peso de ciclohexanona.

- 100 partes en peso de cloruro de polivinilo de índice sindiotáctico elevado, obtenido polimerizando el cloruro de vinilo a -15°C y que tiene una viscosidad intrínseca
5. $[\eta] = 1,5$ gr/dl, se disuelven a 135°C y agitando, durante 30 minutos, en 400 partes en peso de ciclohexanona.

- Las dos soluciones así obtenidas tienen una viscosidad absoluta de unas 50 poises a 130°C y se hacen pasar
10. por una hilera que tiene 80 agujeros de 150 micras de diámetro, procediendo de modo que a cada agujero lleguen cantidades iguales de los polímeros.

- Los filamentos extruidos se coagulan en un baño de coagulación apropiado. Después de coagulado, el haz de
15. filamentos así obtenido se lava, se estira con una relación de estiraje de 1:7, se encola y se seca bajo tensión a temperatura comprendida entre 120°C y 130°C .

El filamento continuo así obtenido presenta:

- un título de..... 240 den
20. una tenacidad de..... 3,9 gr/den
- un alargamiento en la rotura de..... 18%
- un encogimiento en agua hirviente de..... 10%.

- Por tratamiento en agua hirviente, con encogimiento libre, el filamento se riza y, después de secado con aire
- 25.



306862

caliente a 60°C, se procede a determinar las características del rizado; éstas son:

- número de ondulaciones por cm = 7
- 5. - cantidad de rizado = $\frac{L_2 - L_1}{L_2}$ = 0,15

donde L_2 = longitud del cabo estirado;

- 10. L_1 = longitud del cabo rizado.

Las características mecánicas de los cabos después de encogimiento en agua hirviente durante 30 minutos son las siguientes:

- 15. Título..... 260 den
- Tenacidad..... 3,2 gr/dl
- Alargamiento en la rotura..... 32%
- Encogimiento en agua hirviente..... 0%
- 20. Encogimiento en tricloroetileno a 40°C..... 0,2%
- Encogimiento en el aire a 130°C..... 4%.

Se examinó con el microscópio una sección transversal del filamento y se observó que todos los cabos estaban conjugados y que cada sección constaba de un 50% de un tipo

- 25.



306862

de polímero y un 50% del otro tipo de polímero.

El filamento así obtenido se estiró deliberadamente en estado frío con una relación de estiraje de 1:1,15, a fin de deshacer el rizado. Pudo así demostrarse que

5. mediante un tratamiento ulterior en agua hirviente es posible restablecer prácticamente el rizado original.

EJEMPLO 2.

10. 100 partes en peso de cloruro de polivinilo de índice sindiotáctico elevado, obtenido por polimerización de cloruro de vinilo a -30°C y dotado de una viscosidad intrínseca $[\eta] = 1,5 \text{ gr/dl}$, se disuelven a 135°C y agitando, durante 30 minutos, en 450 partes en peso de ciclohexanona.

15. 100 partes en peso de cloruro de polivinilo de índice sindiotáctico elevado, obtenido por polimerización de cloruro de vinilo a -10°C y dotado de una viscosidad intrínseca $[\eta] = 1,7 \text{ gr/dl}$, se disuelven a 135°C y agitando, durante 30 minutos, en 400 partes de ciclohexanona.

20. Las dos soluciones se pasan por una hilera que tiene 20 agujeros de 250 micras de diámetro. Los filamentos extruidos se estiran con una relación de estiraje de 1:6.

El filamento así obtenido presenta:

7 D



306862

Título.....	55 den
Tenacidad.....	3,8 gr/den
Alargamiento en la rotura.....	20%
Encogimiento en agua hirviente.....	12%

5.

Durante el tratamiento en el agua hirviente, con encogimiento libre, el filamento se riza y, después de secado con aire caliente a 60°C, manifiesta las mismas características que el filamento obtenido según el ejemplo 1.

30 6862

- 13 -



N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente italiana Nº 25490/63 del 12 de diciembre de 1.963.

5.

1. Procedimiento para obtener filamentos y fibras mixtos a partir de polímeros vinílicos, que tienen un rizado tridimensional permanentes, que se caracteriza por el hecho de que se extruyen por el mismo orificio de extrusión dos soluciones de polímeros de cloruro de vinilo con índices sindiotácticos diferentes.

10.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por el hecho de que dos soluciones de polímeros de cloruro de vinilo con índice sindiotáctico diferente y obtenidos a temperaturas diferentes de polimerización se hilan simultáneamente por el método de hilatura en seco y luego se estiran para formar un filamento compuesto, en el cual los diversos polímeros están dispuestos lado a lado.

15.

20.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dos soluciones de políme-



306862

ros de cloruro de vinilo con índice sindiotáctico diferente y obtenidos por medio de temperaturas diferentes de polimerización se hilan simultáneamente por el método de hilatura en seco y luego se estiran para formar un filamento compuesto, 5. en el que los polímeros diferentes están dispuestos lado a lado.

4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 2 y 3, que se caracteriza por el hecho de que los dos polímeros de cloruro de vinilo con índice sindiotáctico diferente 10. tienen un encogimiento diferencial de 1% por lo menos y, preferentemente, de 2% por lo menos.

5. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 4, 15. caracterizado porque los filamentos y fibras compuestos obtenidos, están compuestos de dos polímeros, por lo menos, de cloruro de vinilo con índice sindiotáctico diferente, dispuestos lado a lado, de modo que todos los componentes contenidos en la fibra formen por lo menos una parte de la sección 20. transversal del filamento, y manifiestan las propiedades siguientes:

a) ondulaciones por cm	: 3 por lo menos
b) tenacidad	: superior a 2,5 gr/den
c) encogimiento en agua hirviente	: menor del 2%
25. d) encogimiento en tricloroetileno a 40°C	: menor del 1%.

2. Procedimiento, de acuerdo con las reivindicaciones

30 68 62

- 15 -



ciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que los dos o más polímeros de cloruro de vinilo con índice sindiotáctico diferente se obtienen mediante distinta temperatura de polimerización.

5. 7. Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado por el hecho de que los dos o más polímeros de cloruro de vinilo con índice sindiotáctico diferente se obtienen, uno polimerizando el cloruro de vinilo a temperatura comprendida entre unos -50°C y -30°C , y el otro, respectivamente, polimerizando el cloruro de vinilo a temperatura comprendida entre unos -20°C y -10°C .

8. Procedimiento para obtener filamentos y fibras mixtos a partir de polímeros vinílicos.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de quince páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 7 de diciembre de 1.964.

p. a. JAIME ISERN

D. P.