



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case No. F 18282.

325732 325732

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para la producción de
filamentos de polipropileno autorizados"

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad
británica, residente en: Imperial Chemical House,
Millbank, Londres S.W.1., Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento para la producción de filamentos ó hebra filamentera de este cuerpo, de rizado automático ó autorizado.

Por la Memoria de la Patente Británica,



Nº 805.033, se conoce el obtener filamentos de, por lo menos, dos polímeros sintéticos químicamente distintos, por un proceso de filatura en fusión, en el que los polímeros fundidos se introducen separadamente en los orificios de moldes, y forman filamentos que tienen los dos polímeros distribuidos de modo no-uniforme en las secciones transversales de los filamentos; la falta de uniformidad proporciona una potencialidad inherente de rizado en los filamentos.

5.
10. Se conoce también, por la Memoria de la Patente Británica Nº 979.083, el obtener filamentos de policolefinas espontáneamente ondulados ó rizados, partiendo de dos componentes de policolefinas de viscosidad diferentes, dispuestos en relación de contigüidad a lo largo de toda la longitud de dichos filamentos.

15. Se ha comprobado que los filamentos de polipropileno auto-ondulados, ó la hebra filamentaria de dicho cuerpo, pueden obtenerse sin esta diferencia de viscosidad, ó con una viscosidad de diferencias muy pequeñas entre los dos componentes polipropilénicos.

20. De acuerdo con este invento, se proporciona un procedimiento para la obtención de filamentos auto-rizadores de polipropileno, en el que los filamentos compuestos constituidos por dos polímeros distintos de propileno distribuidos a lo largo de la longitud de los filamentos en forma de componentes distintos en relación de contigüidad ó de envoltura-núcleo, se consiguen por filatura conjugada en fusión de dos polímeros de propileno, seguida a continuación por la relajación de la tensión en los filamentos, y caracterizado porque los dos polímeros

25.
30.



tienen prácticamente la misma viscosidad pero distinta distribución de pesos moleculares. Se prefiere que por lo menos uno de dichos polímeros tenga un coeficiente de dispersión, Q , tal como luego se define, de por lo menos 6,5 y que la diferencia entre los valores Q , de los componentes sea de 0,05 como mínimo, para obtener un efecto adecuado de rizado u ondulación.

5.

Los filamentos o hebras filamentosarias de acuerdo con este invento se denominan de auto-ondulación

10.

ya que por la eliminación de la tensión aplicada a los mismos durante la filatura en fusión o la etapa ulterior de entirado en frío, se contraen y adoptan una forma helicoidalmente rizada ó ondulada. La tensión puede mantenerse en los filamentos entre estos procesos y después

15.

de ellos por ejemplo, arrollando los filamentos e hebras filamentosarias sobre bobinas y luego soltándola en una etapa adecuada, en el proceso textil ulterior. Las fibras cortadas auto-onduladas, pueden conservarse cortando las hebras sin rizar ó el haz de filamentos en longitudes

20.

adecuadas, mientras se permite la relajación de las mismas. Como variante, la hebra filamentaria puede someterse a un rizado mecánico antes de soltar la tensión para impedir el auto-rizado lo suficiente para facilitar el proceso textil posterior.

25.

La ausencia práctica de impedimento mecánico durante la relajación, dará lugar al máximo efecto de ondulación ó rizado. Sin embargo, en algunos empleos, a los que se destinan las fibras o filamentos rizados, es conveniente controlar el grado de rizado conseguido, ya

30.

que el efecto máximo de rizado puede dar lugar a una as



perena indeseable en el tacto a la hebra ó tejido, resultante.

5. Aunque los filamentos ó hebras filamentosas auto-rizadas, obtenidos de acuerdo con este invento pueden acusar el efecto de auto-ondulación en la condición de tal como se preparan para el hilado, al efecto es muy superior si se estiran en forma de filamentos hilados, con preferencia a más del doble, pero no a más de unas cuatro veces su longitud original, a una temperatura de superior a 100°C.

10. Se ha comprobado que el grado de efecto de rizado obtenido por relajado, puede controlarse independientemente de la composición de las fibras compuestas, regulando la temperatura de la superficie de apoyo (inca ó redillo) sobre el cual se realiza dicho estiraje.

15. A medida que la temperatura de la superficie de apoyo aumenta, el efecto de rizado obtenido disminuye hasta que alrededor de 100°C se consigue un rizado muy reducido. Así, por ejemplo, estirando filamentos compuestos, cuyos componentes tienen coeficientes de dispersión de 8.4 y 4.7, y la misma velocidad de 1.55 a una relación de entoraje de 3.5:1, se obtuvieron los resultados siguientes para los porcentajes de rizado a una carga de 0.5 mg/denier y a la temperatura indicada de la superficie de contacto, en este caso un redillo de alimentación calentado, que aumentaba como se indica:



<u>Temperatura del rodillo de alimentación, °C.</u>	<u>% de rizado a 0.5 mg/denier.</u>
55	58
65	55
75	41
85	17

15. Se prefiere estabilizar la forma helicoidal de las fibras auto-onduladas, por un tratamiento térmico en el estado relajado, a una temperatura de 100-140°C, aproximadamente. A la estabilización del rizado u ondulación por el tratamiento térmico, puede acompañar un cierto aumento del efecto de auto-ondulación ó rizado.

15. Se conocen distintas formas de aparatos de filatura en fusión para la filatura conjugada de filamentos compuestos del tipo contiguo ó de envoltura-núcleo; por ejemplo de acuerdo con las Memorias de las Patentes Británicas nº 953.379 y 972.932, y este equipo para usarse para formar filamentos polipropilénicos compuestos de acuerdo con este invento. Las denominaciones contiguo y envoltura/núcleo, se refieren a la relación de los dos componentes en los filamentos individuales, y la denominación filatura conjugada se refiere a la producción de dichos filamentos compuestos.

20.

25. El coeficiente de dispersión Q , que es una expresión de pesos moleculares de un polímero de propileno, es la relación ponderal de peso molecular medio, en el número de peso molecular \bar{M}_n . Se han determinado los valores Q , de polímeros de propileno constituidos por filamentos conjugados de mediciones de \bar{M}_w y \bar{M}_n por las técnicas respectivas de fotodispersión y calorimetría

30.



membranesa, que se describirá detalladamente a continuación, utilizando los polímeros componentes tal como se suministran a los aparatos de filatura conjugada en fusión, ya que es imposible separar los componentes de los filamentos conjugadamente hilados. Los ensayos de control en los que los polímeros separados de propileno se hilan en condiciones de filatura idénticas a las empleadas en el proceso de filatura conjugada en fusión, muestra que durante la filatura no se produce degradación o cambio en la viscosidad ni en la distribución de pesos moleculares.

5. Determinación de \bar{M}_w - Para esta determinación se ha utilizado un foto-goniodifusómetro modelo 42.000 de La Sociedad Francesa de Aparatos de Control y de Análisis (SCFICA).

10. Las mediciones de la fotodispersión se realizaron a 130°C utilizando luz no-polarizada de longitud de onda 5461 Å, sumergiéndose las células de dispersión de la luz en un baño de aceite de temperatura controlada, lleno de aceite de silicona. El disolvente utilizado para estas mediciones, era α -cloronaftaleno (British Drug House) que se secó y re-distiló sometido a presión reducida, antes del empleo, añadiéndose a continuación 0,1 % peso/volumen de un antioxidante fenólico para estabilizar el material destilado.

15. En frascos calibrados de 25 cc. se prepararon, a 130°C, soluciones del polímero a ensayar, que contenían de 0,1 a 0,5 peso/volumen del mismo. Las soluciones y el disolvente de muestra utilizadas en cada medición, se clarificaron cuidadosamente filtrando a 130°C a través de un filtro de vidrio sintetizado.

325732^u



para eliminar todas las trazas de polvo, etc.

5.

Se utilizaron porciones de 10c.c. de soluciones de polímero limpio y del disolvente de muestra, realizándose las mediciones en ángulos de dispersión de 30-150° (en 11 etapas) para el rayo incidente. Entre las mediciones para cada solución, la intensidad del rayo incidente de luz se comprobó en cuanto a la constancia con respecto a la lectura a 90° mediante un difusor normal.

10.

El aparato se calibró con benceno y la constante del mismo se graduó mediante una muestra normal de poliestireno de peso molecular conocido (National Bureau of Standards No. 706, $\bar{M}_w = 258,000$). El peso molecular de la muestra se calculó utilizando el valor aceptado de la relación Rayleigh de benceno, 16.3×10^{-6} , y \bar{M}_w se comprobó que era 256,000. A continuación se utilizó el benceno como patrón para convertir la lectura del fotomultiplicador a la intensidad absoluta de dispersión, por la ecuación,

15.

20.

$$R_e = R_b \left(\frac{\cos \theta}{1 + \cos^2 \theta} \right) \left(\frac{I_e}{I_b} \right) \left(\frac{n}{n_b} \right)^2$$

$$= R_b \left(\frac{a I_e}{I_b} \right) \left(\frac{n}{n_b} \right)^2 \quad \text{--- (1)}$$

25.

en la que $a = \cos \theta / (1 + \cos^2 \theta)$ siendo R_e la relación Rayleigh de la solución (correctada para la dispersión del disolvente) en cualquier ángulo θ , R_b es la relación Rayleigh del benceno puro; I_e es la deflexión del galvanómetro del instrumento para la solución en exceso de la del disolvente; I_b es la lectura del galvanómetro para el benceno puro; $(n/n_b)^2$ es el cuadrado

30.



de la relación de los índices refractivos de la solución al del benceno; $\text{Sen } \theta$ y $(1 + \text{Cos}^2 \theta)$ son factores de corrección para el volumen de dispersión en el ángulo θ y el empleo de luz no polarizada, respectivamente.

5. La ecuación corriente de fotodispersión es:

$$\left[\frac{K_0/R_0}{\theta = 0} \right] \frac{C}{c} = 0 = \frac{1}{\bar{M}_w} \quad (2)$$

10. en la que
$$K = \frac{2 \pi^2 n_b^2 (dn/dc)^2}{N \lambda^4}$$

con lo cual substituyendo la ecuación (1) en la ecuación (2),

15.
$$\frac{2 \pi^2 n_b^2}{N \lambda^4} \left(\frac{dn}{dc} \right)^2 (I_b) \left(\frac{C}{aI_0} \right) \frac{C}{c} = 0 = \frac{1}{\bar{M}_w}$$

en la que $\lambda = 5461 \text{ \AA}$; C = concentración en g/ml; N = número de Avogadro, y

$$\left(a = \frac{\text{sen } \theta}{1 + \text{Cos}^2 \theta} \right)$$

20. Utilizando los valores aceptados para las constantes, se tiene

$$0.506 \left(\frac{dn}{dc} \right)^2 (I_b) \left(\frac{C}{aI_0} \right) \frac{C}{c} = 0 = \frac{1}{\bar{M}_w}$$

25. Para polipropileno en α -cloronaftaleno a 130°C, y $\lambda = 5461 \text{ \AA}$, $dn/dc = -0.189 \text{ ml/gm}$. Utilizando estos parámetros y suponiendo $I_b = 1.32 I_0$ (siendo I_0 la intensidad de dispersión del difusor normal) se obtiene:

30.
$$\bar{M}_w = \frac{73.046}{I_0 \left(\frac{C}{aI_0} \right) \frac{C}{c}}$$



De acuerdo con la última ecuación, se obtuvieron gráficos Zima representando C/gI_0 con respecto a $(\text{Sen } 2e/2 + 500)$. El término 500 es geométrico para obtener una buena dispersión de los 55 puntos contenidos en cada gráfico Zima. Las líneas extrapoladas $C = 0$ y $\theta = 0$ han de cortar la ordenada en el mismo punto:

5.

$$\left[\begin{pmatrix} C \\ gI_0 \end{pmatrix} \begin{matrix} C = 0 \\ \theta = 0 \end{matrix} \right]$$

que luego proporciona \bar{M}_w a condición de que se conozca el valor de I_0 para la medición.

10.

Los gráficos Zima se aceptaron solamente si las líneas de puntos de igual concentración eran rectas; las líneas curvas indicaban una filtración inadecuada. La medición repetida en varios polímeros, degradados y sin degradar, demostró que la exactitud de la determinación de \bar{M}_w era ± 5000 unidades.

15.

Determinación de \bar{M}_n -

Para esta determinación, se ha utilizado un esatómetro de velocidad elevada construido por Dohrman Instrument Co. de acuerdo con un proyecto S 11 Development Corp., equipada con una membrana "ultra-cella-aller feinst" fabricada por Membranfilter Gesellschaft, Göttingen.

20.

25.

La membrana se acondicionó por inmersión durante no menos de 6 horas en la serie siguientes de mezclas disolventes: agua, agua/etanol, etanol, etanol/acetona, acetona, acetona/metiletilacetona (MEC) MEC, MEC/tolueno, tolueno, tolueno/decalina y decalina. La membrana se acondicionó a continuación para las temperaturas elevadas, ante todo sujetándola en posición en el esatómetro y llenando

30.

325732



- los departamentos del disolvente y de la solución, con disolvente. La temperatura en el osmómetro, se hizo de cender a continuación por saltos de 30° hasta alcanzar una temperatura de 120°C, permitiendo un acondicionamiento de 8 horas en cada temperatura. El disolvente empleado para las mediciones, la decalina, se destiló en vacío antes de usarse, y la oxidación se impidió mediante la adición de 0,1% peso/volumen de un antioxidante fe nólico.
- 5.
10. Las soluciones de polímero (con una concentración elegida para dar una carga de agua ó altura piezométrica de por lo menos 1,2 cm. de disolvente) se prepararon a 130°C en frascos volumétricos previamente calibrados, y las soluciones así preparadas se filtraron antes de la inyección en el osmómetro, a 130°C, a través de dos espesores ó capas de filtros de membrana Millipore de 0,8 μ (Millipore Corp., de América). Las soluciones inyectadas, se dejaron durante 5 minutos para equilibrar se en un calentador previo del osmómetro, antes de permitir su paso al departamento de la solución, en el que se permitió otro período de 10 minutos de equilibrio.
- 15.
20. El cero del aparato se estableció llenando re petidamente el departamento de la solución con disolvente y midiendo la carga de agua cada vez en la esfera de lectura del servo-manómetro; el cero del instrumento se admitió como satisfactorio cuando tres lecturas se diferenciaban sólo en \pm 0,01 cm de disolvente. La salida de las muestras se cerró a continuación y se realizó la lectura de la presión de equilibrio después de unos
- 25.
30. 40 minutos. El procedimiento se repitió a continuación



para otra parte de la misma solución, después de lo cual se restableció el cero del aparato, del modo siguiente: una difusión de soluto se comprobó que se hallaba presente en cualquier momento; por lo cual los valores inicial y final del aparato no coincidían, y la diferencia entre estas lecturas se utilizó para corregir la lectura de la concentración de la solución final, por difusión.

5.

Las lecturas de presión obtenidas de este aparato, son para el disolvente a unos 20-25°C, por tanto, la presión osmótica π viene dada por,

10.

$(h_1 - h_2) \rho$ siendo $(h_2 =$ cero del disolvente en cm.

$(h_1 =$ cero de la solución en cm.

$(\rho =$ densidad del disolvente a 25°C.

15.

Las lecturas de la presión osmótica obtenidas, se representan a continuación como:

π/c con respecto a C , siendo C la concentración de soluto en g/100 ml. El valor de $\lim_{C \rightarrow 0} \pi/c$ se encuentra por extrapolación de este gráfico a concentración C de la ordenada en el origen,

20.

$(\pi/c)_{C=0} = C$, por medio de la ecuación siguiente:

$$\left(\frac{\pi}{c}\right)_{C=0} = \frac{RT}{M_1}$$

siendo R la constante del gas, y

T la temperatura absoluta.

25.

Para muchos casos un método de medición más sencillo es bastante satisfactorio. Así en lugar de medir la presión osmótica para un número de soluciones de polímeros de distintas concentraciones y extrapolar los resultados a la concentración cero, se ha utilizado una medición sencilla de una solución muy diluida y se ha empleado este valor como bastante aproximado para (π/c)

30.



5. $\bar{Q} = \bar{Q}_0$, ya que se ha observado que los valores así obtenidos concuerdan con los de extrapolación de una serie de soluciones de polímero dentro del 3%. Los valores obtenidos por el método abreviado, se aumentaron por tanto en un factor del 3% para proporcionar una estimación más exacta de \bar{M}_n . La exactitud de determinación es aproximadamente ± 750 unidades de peso molecular.

10. Los polímeros dotados de distribuciones distintas de pesos moleculares, pueden obtenerse de distintos modos. Así, la degradación térmica de ^{poli}propileno de una viscosidad superior a una inferior, producirá un estrechamiento de la distribución de pesos moleculares utilizándose luego el producto como un componente de un filamento compuesto, y siendo el otro componente, por

15. ejemplo, un polímero que se haya sometido a una degradación de grado superior. Como variante, un polímero que se ha terminado con cadenas durante la polimerización, por ejemplo mediante el empleo de hidrógeno como terminador de cadena, y que tiene una amplia distribución de pesos moleculares, puede utilizarse como segundo componente.

20. La proporción de un componente especial en el filamento compuesto pueda variarse entre alrededor de 1:9 a 9:1; del efecto de auto-riñado, obtenido en esta zona dependerá en parte de la diferencia entre los valores \bar{Q} de cada componente.

25. Así, si la diferencia de valor \bar{Q} es elevada, la proporción de los componentes puede diferir en más de 1:1 que en el caso de diferencias pequeñas de valores \bar{Q} .

30. Los componentes poliméricos pueden contener hasta un 20% aproximadamente en peso de otras sustancias



que proporcionen afinidad para los tintes a los polímeros propilénicos.

5. Cuando la denominación viscosidad se refiere, como en este caso en relación con el proceso de este invento, se indica la viscosidad intrínseca medida en solución de decalina a 135°C usando un viscosímetro de diámetro capilar de 0,44 mm.; las unidades de viscosidad son decilitros/gramo.

10. Al elegir polímeros de propileno adecuados para usarse en la preparación de filamentos compuestos de acuerdo con este invento, se prefiere utilizar polímeros que, además de tener una diferencia entre los valores η de un par elegido, de 0,5 por lo menos, aproximadamente, tengan también una viscosidad de no menos del 1,0, ya que se consigue un rizado automático muy reducido ó nulo con polímeros de viscosidad inferior, especialmente si la diferencia en valores η para el par, es reducida.

15. Los ejemplos siguientes aclaran este invento y el procedimiento de aplicación del mismo. Dado que la fuerza con que se lleva a cabo el auto-rido tiene un efecto sobre el grado de ondulación alcanzado, se facilita en estos Ejemplos el grado de rizado conseguido por 20. (a) relajación prácticamente libre (0,01 mg/denier) y (b) bajo una carga de 0,5 mg/denier, que es el origen de la resistencia a la relajación en un hebra de torsión libre, 25. multifilamentaria ó de fibras cortas, tal como se utiliza por ejemplo para el tricetado a mano. Para medir el efecto del rizado bajo una carga especificada, se enrollan en 30. hojas pequeñas (100 cm de longitud) de hebra filamentaria, alrededor de un molde rectangular de 10 cm de "Dorspax"

325732



(Marca Comercial Registrada); se retiran las mudejas, se suspende de ellas una carga adecuada, se tratan térmicamente en un horno de aire, a 135°C durante 10 minutos, y a continuación se mide la longitud contraída de la mudeja sin enrollar con la carga retirada (L_1) y la longitud (L_2) de la mudeja sin enrollar, con las endulaciones recién alcanzadas por extensión. El porcentaje de rizado obtenido, se expresa luego por,

10.
$$\frac{L_2 - L_1}{L_2} \times 100$$

EXEMPLOS 1 a 7 -

Se utiliza un aparato de filatura en fusión, conjugada, dotado de medios para suministrar separadamente dos polímeros fundidos a una hilera a velocidades independientemente controlables y con él se obtienen filamentos compuestos de 7 pares de polímeros de propileno; cada uno de dichos pares tiene la misma viscosidad, pero una distribución distinta de pesos moleculares, y proporciones iguales de cada componente. Los polímeros componentes se juntan en los orificios de la hilera para proporcionar filamentos compuestos del tipo entiguo.

Las hileras usadas tienen de 24 a 60 orificios de 0,051 cm de diámetro como se indica a continuación y en todos los casos, excepto dos (Ejemplos 6 y 8) el denier por filamento de las hebras filamentosas hiladas era de 15. En los Ejemplos 6 y 8, el denier por filamento hilado era de 20. Las demás condiciones de filatura y las sustancias adicionadas presentes en los polímeros, se indican en la Tabla siguiente:

30.



Ejemplo No.	Viscosidad	Valores Q.	Número de orificios.	Temperatura de la hilera. °C	Velocidad de arrollamiento, m/minuto	Aditivos
1	1.1	8.4/3.7	36	204	457	Ninguno
2	1.3	8.4/4.65	36	205	457	10% de poliácida y de-lustrante.
3	1.3	8.4/6.3	60	206	274	0.1% de anti-oxidante férrico.
4	1.3	7.0/4.65	36	205	457	10% de poliácida y de-lustrante.
5	1.55	8.4/7.7	36	205	366	Ninguno
6	1.55	7.7/4.7	24	203	655	10% de poliácida.
7	1.8	8.4/5.1	48	206	195	10% de poliácida y de-lustrante.

Todos los porcentajes son ponderales con respecto a la composición del polímero.

Las hebras hiladas se recogieron en bobinas rígidas y se estiraron utilizando un rodillo de alimentación calentado, en el que se realizó el estirado; el aparato de estirado tenía un rodillo para el mismo a una temperatura de 200°C a 100°C. En todos los Ejemplos, excepto en el número 5, se aplicó una relación de estirado de 3.5:1, y en el caso del Ejemplo 5 se aplicó una relación de estirado de 1:1. En todos los casos el rodillo de alimentación se conservó a 55°C.

Las propiedades de las hebras estiradas preparadas en madejas de 100 cm y tratadas como anteriormente se describe, figuran en la Tabla siguiente junto con las



temperaturas empleadas en el rodillo de estiraje.

Ejemplo Nº	Temperatura del rodillo de estiraje 23	% de fisado con una carga de:	
		0,21 mg/denier	0,5 mg/denier
1	20	51	8
2	20	64	36
3	100	57	24
4	100	60	30
5	100	56	14
6	100	71	63
7	20	66	50

15.

ESTUDIO COMPARATIVO A -

Para la comparación se hiló un filamento compuesto 1:1, utilizando el aparato de los anteriores Ejemplos 1 a 7, y un par de polisoros de propileno de valores 0, 5,9 y 4,65 se utilizó una hilera de 36 orificios (0,051

20.

cm de diámetro) mantenida a 205°C, y la hebra hilada se recogió en bobinas a rasca de 457/metros/minuto. Los polisoros eran de viscosidad 1,3 y contenían 10% de una polianilina para mejorar la afinidad para los tintes. Los filamentos hilados, cada uno de los cuales tenía un denier

25.

de 15, se estiraron utilizando un rodillo de alimentación calentada a 55°C y un rodillo frío de estiraje, con una relación de estirado de 3,5:1.

Al relajarse la hebra estirada, no se formó ni seda alguna.

325732



EJEMPLO 8 a 14 -

Con los aparatos empleados en los Ejemplos 8 a 7, se hilaron y estiraron filamentos compuestos de proporciones variables de los dos componentes, en relación de contigüidad; las proporciones de los dos componentes se controlaban variando el ritmo de suministro de los componentes fundidos a los orificios de la hilera, manteniendo a la vez un sonier de filatura constante, de 15. per filamento. Los polímeros de propileno empleados tenían valores q de 8,4 y 4,65, una viscosidad de 1,3 y contenían 0,5% de estearato de calcio y 10% de una poliacida. La filatura se realizó a 20500 a través de una hilera de 36 orificios (0,051 cm de diámetro) y los filamentos hilados, se recogieron a 343 metros/minuto y luego se estiraron con una relación de estiraje de 3,5:1 utilizando rodillos de alimentación y estiraje calentados a temperaturas de 55 y 100°C respectivamente. El porcentaje de rizado de los productos obtenidos de esta modo se indica en la Tabla siguiente junto con las proporciones usadas de polímeros componentes. El componente A es el que tenía un valor q de 4,65, siendo de 8,4 el valor q del componente B.

Ejemplo Nº	Relación A:B	% de rizado con una carga de	
		C ₀ Cl mg/denier	C ₀ 5 mg/denier
8	1:1	65	30
9	2:1	60	24
10	3:1	62	22
11	4:1	60	16
12	2:3	54	20



13	1:2	45	13
14	1:3	41	11

EJEMPLO COMPARATIVO B -

- 5. Para la ulterior comparación, se obtuvo un filamento 1:1 ocupante, utilizando los aparatos de los Ejemplos 1 a 7, y un par de polímeros de propileno de valores Q próximos a los valores de los componentes empleados en el Ejemplo 7, pero de viscosidad distinta. Así, un componente tenía un valor Q de 8,4 y una viscosidad de 2,1, y el otro componente tenía un valor Q de 5,2 y una viscosidad de 1,8. Después de la filatura y el estiraje como en el Ejemplo 7, este par de polímeros proporcionó una hebra filamentaria dotada de un porcentaje de rizado sometida a una carga de 0,5 ag/denier, de 64 %.
- 10.
- 15.

N O T A

- 20. Describe 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 principio fundamental; también se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Inglaterra con fecha 20 de abril de 1965, nº 16541/65 y que fue completada el 4 de abril de 1966, accediéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España,
- 25.
- /30. Ha, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE FILAMENTOS



DE POLIPROPILENO AUTOMIZADOS"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento para la producción de filamentos de polipropileno auterizados, que contienen dos polímeros distintos de propileno, distribuidos en toda la longitud de los filamentos, como componentes distintos en relación de antigüedad ó de envoltura-módulo, caracterizado porque se hilan conjuntamente en fusión dos polímeros de propileno, efectuándose a continuación una relajación de tensión en los filamentos, teniendo los dos polímeros, prácticamente, la misma viscosidad, y distribuciones distintas de pesos moleculares.

15. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el coeficiente de dispersión, de uno por lo menos de los polímeros componentes es, como mínimo, de 6,5.

20. 3.- Procedimiento, según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque los coeficientes de dispersión de los polímeros componentes difieren en 0,5 por lo menos.

4.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque los polímeros componentes tienen una viscosidad de 1,0 por lo menos.

25. 5.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 4, caracterizado porque la relación de los componentes está comprendida entre 1:9 y 9:1.

30. 6.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 5, caracterizado porque los filamentos hilados, sin relajación, se estiran de 2 ó 4 veces en longitud primitiva.

325732



- 7.- Procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque el estiraje se lleva a cabo por medio de una superficie de contacto calentada a una temperatura no superior a 100°C.
- 8.- Procedimiento, según la reivindicación 5 ó 7, caracterizado porque los filamentos estirados se tratan térmicamente en el rodillo de estiraje que se mantiene a una temperatura de hasta 100°C.
- 9.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los filamentos rizados se estabilizan por tratamiento térmico a 100-140°C.
- 10.- Procedimiento para la producción de filamentos de propileno autorrizados, tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid, 20 ABR. 1966

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

J. GOMEZ ACEBO Y HOYET
P.R.