



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case No. P.18127

326337

*Memoria Descriptiva* 326337  
*sobre*

"Perfeccionamientos en la preparación de refuerzos  
para textiles".

-----

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

-----

Este invento se refiere a perfeccionamientos en refuerzos plásticos para artículos textiles, por ejemplo, refuerzos de "collarín" o "manguito". Se relaciona en especial con estos refuerzos, cuando se fabrican de tereftalato de polietileno.

326337



no.

Los refuerzos del tipo antes indi  
cado se obtienen normalmente de una lámina o pelícu-  
la de tereftalato de polietileno del espesor requeri-  
do, por corte con un troquel de las dimensiones pre-  
cisas. Durante este proceso se desarrolla un grado  
elevado de desviación lateral, y tiende a producirse  
la fibrilación y la exfoliación en la proximidad de  
los bordes cortados. Un objeto de este invento es  
eliminar este defecto.

Consecuentemente, se proporcionan  
refuerzos para textiles, constituidos por tereftala-  
to de polietileno que contenga entre 0,25 y 10,0% en  
peso de partículas inertes de un tamaño medio compren-  
dido entre 0,1 y 10 micrones.

Como nueva modalidad de este in-  
vento, se proporcionan refuerzos para textiles, cons-  
tituidos por tereftalato de polietileno que contenga  
entre 0,25 y 10% en peso de partículas inertes de ta-  
maño medio comprendido entre y 10 micrones.

Las películas que contienen menos  
de 0,25% de partículas inertes, no inhiben con éxito  
la fibrilación, y las que encierran más del 10% de  
estas partículas, se fabrican mal.

Por "partículas inertes" se indi-  
can sustancias prácticamente insolubles en agua, no  
afectadas por la exposición a la atmósfera y a la hu-  
medad y que no experimentan reacción química con el  
tereftalato de polietileno ni aún a la temperatura de  
300°C. Las partículas inertes son adecuadas para la

326337



incorporación al polímero o a los reactivos que lo forman antes que éste se convierta en película por el procedimiento convencional de extrusión fundido.

5. Son materiales muy adecuados para las partículas inertes el dióxido de titanio, y los silicatos o silico-aluminatos tales como el caolín. Los materiales en forma de partículas inertes que se prefieren, son los caolines de 1 a 10 micrones y el dióxido de titanio en partículas del orden de 0,1 a 10: 0,6 micrones.

15. La película de tereftalato de polietileno que contiene las películas inertes, puede orientarse en una o en ambas direcciones en el plano de la misma; con preferencia se orienta biaxialmente estirando la película amorfa, obtenida de modo conocido, a una temperatura superior a la de su transición de segundo orden, en cada una de dos direcciones perpendiculares entre sí. Con preferencia, la película orientada se estabiliza térmicamente calentándola sometida a tensión a una temperatura de 150 a 250°C, por 20. cuyo medio se mejora su estabilidad dimensional a temperaturas elevadas.

25. Como antes se indicó, el material en partículas inertes puede incorporarse a los reactivos formadores de polímero. En este caso preferido, esas partículas se muelen en molino de bolas con glicol etilénico, y la suspensión obtenida se añade al glicol etilénico y al tereftalato de dimetilo empleados en la preparación del polímero.

30. Este invento se aclara, sin limi-



tarse en modo alguno por los Ejemplos siguientes, en los que todas las partes y los porcentajes se dan en peso.

EJEMPLO 1

5. Se preparó del modo siguiente una dispersión de caolín en glicol etilénico. Se mezclaron 227 g de "Speswhite" -caolín en partículas de 5 micrones (de tamaño especialmente graduado, suministrado por English Clays Lovering Pochin Ltd.)- con 681 g de glicol etilénico y se introdujeron en un tarro de piedra de un litro de capacidad, que contenía cuentas de vidrio de 6 mm hasta el tercio de su capacidad. El tarro se cerró y se hizo girar a 20 r.p.m. A las 24 horas se había terminado la molturación y se comprobó que se había obtenido una buena dispersión.
- 10.
- 15.
20. Se fundieron 100 partes de tereftalato de dimetilo y se mezclaron con 71 partes de glicol etilénico haciéndose reaccionar de acuerdo con el método corriente de intercambio de ésteres, para la fabricación de tereftalato de polietileno. A una temperatura de 150°C de la masa, se añadieron al producto en fusión acetato de manganeso y trióxido de antimonio 0,05% y 0,04%, respectivamente, de la carga de tereftalato de dimetilo, cada uno de ellos mezclado con glicol etilénico. Después de la adición de estos catalizadores, la dispersión citada de caolín en glicol (4 partes) se agregó y se lavó a través del "tundish" con una pequeña cantidad de glicol etilénico.
- 25.
30. El intercambio de ésteres se completó por la

326337



eliminación, en vapor, de unas 28 partes de metanol y 10 partes de glicol etilénico. Diez minutos antes de pasar el producto fundido al autoclave de policondensación, se añadió ácido fosfórico (0,037% de la carga de tereftalato de dimetilo) a la masa fundida, en forma de una emulsión en glicol etilénico. Después del traslado, la mezcla fundida se policondensó en vacío a 285°C, se fundió en forma de cinta, se enfrió bajo agua y se cortó en pedacitos. La viscosidad intrínseca medida en ort-cloro-fenol al 1% a 25°C era de 0,649.

La película con 1% de caolín, se obtuvo mezclando los pedazos del producto principal anterior con una proporción adecuada de tereftalato de polietileno idénticamente obtenido, pero exento de caolín. Después del secado, el polímero se fundió, se preparó en película por extrusión y la película enfriada se calentó de nuevo a 90-110°C, estirándose finalmente a una relación de 3,5:1 en las direcciones de fabricación y perpendicular a ésta, para proporcionar una película de un espesor de galga 1000. La película biaxialmente orientada se estabilizó térmicamente a dimensiones constantes, a una temperatura de 210°C.

Quando por estampación o troquelado se obtuvieron de esta película refuerzos del tipo indicado, la tendencia del material a la fibrilación y a la exfoliación se comprobó que era muy inferior a la de la película sin carga.

30.

EJEMPLO 2

Del modo descrito en el Ejemplo 1 para la preparación de la dispersión de caolín se obtuvo una dispersión de dióxido de titanio en partículas de 0,2 micrón en glicol etilénico.

5. El polímero se obtuvo igual que en el Ejemplo 1, pero usando una dispersión de dióxido de titanio en glicol etilénico, en lugar de la empleada en dicho Ejemplo. La masa principal de polímero resultante, se diluyó con polímero de dióxido de titanio para que el contenido final de este cuerpo fuera de 1%, y esta composición se convirtió en una película biaxialmente estirada y térmicamente estabilizada, exactamente como en el Ejemplo anterior.

10. Se comprobó también la menor tendencia a la exfoliación de los refuerzos del tipo mencionado obtenidos de esta película, con respecto a los de la película cargada.

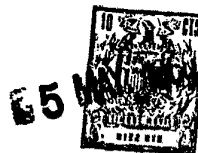
15. Las películas cargadas de estos Ejemplos se sometieron luego al ensayo de exfoliación siguiente. Se obtuvieron muestras de las dos películas, cargada y sin cargar, de control, examinándose a continuación. Se comprobó que al irse embotando la herramienta, aumentaba la tendencia de las muestras a la fibrilación y a la exfoliación. Sin embargo, el grado en que esta tendencia aumentaba era, para las muestras sin cargar, muy superior que para las muestras cargadas de la película.

N O T A

20. Descrita suficientemente la natu-

30.

326337



- raleza 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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre:
- 5: "PERFECCIONAMIENTOS EN LA PREPARACION DE REFUERZOS PARA TEXTILES"; caracterizándose por lo siguiente:
- 10: 1ª.- Perfeccionamientos en la preparación de refuerzos para textiles, caracterizados porque se preparan a partir de tereftalato de polietileno al que se incorporan de 0,25 a 10% en peso de partículas inertes de tamaño medio 0,1-10 micrones.
- 15: 2ª.- Perfeccionamientos, según reivindicación 1, caracterizados porque el tamaño medio de las partículas inertes está comprendido entre 1 y 10 micrones.
- 20: 3ª.- Perfeccionamientos, según reivindicaciones 1 ó 2, caracterizados porque el material inerte incorporado comprende un silicato o un silico-aluminato.
- 25: 4ª.- Perfeccionamientos, según reivindicaciones 1 ó 2, caracterizados porque el material inerte incorporado comprende un caolín.
- 30: 5ª.- Perfeccionamientos según reivindicación 1, caracterizados porque el material inerte incorporado comprende dióxido de titanio.
- 6ª.- Perfeccionamientos, según reivindicación 5, caracterizados porque el tamaño de

326337

5 MAY.



las partículas de material inerte incorporado está -  
comprendido entre 0,1 y 0,6 micrones.

5. 7ª.- Perfeccionamientos, según -  
cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracte-  
rizados porque el tereftalato de polietileno base  
se orienta en una o en ambas direcciones en el plano  
de la película.

10. 8ª.- Perfeccionamientos en la pre-  
paración de refuerzos para textiles; tal y como que-  
da sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de ocho hojas,  
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

5 MAY. 1955

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES  
LIMITED.

A. GÓMEZ AGUDO Y MODELL  
P. E. Firmado: F. Hernández Ruiz

