

350047

P.- 32.721

AKU 1013/1056-HT/TV



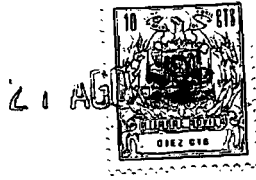
MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de ALGEMENE KUNSTZIJDE UNIE N.V., entidad holande
sa, establecida en Velperweg 76, Arnhem, Holanda, por:
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA HILATURA EN HUMEDO DE HILOS DE
POLI-(ETERES DE PARAFENILENO 2,6- DISUSTITUIDO)".

El invento se refiere a un procedimiento para
la hilatura en húmedo de fibras o hilos de poli(éteres de
parafenileno 2,6-disustituído).

5 Un procedimiento de este tipo es conocido a
partir de la memoria de patente británica nº. 930.993.

Por poli(éteres de parafenileno 2,6 disusti-
tuido) se entienden los poli éteres de parafenileno que
se mencionan en dicha memoria de patente británica y que,
al menos en una proporción considerable del grupo fenile-



no, llevan sustituyentes al menos en la posición 2 y en la posición 6. Estos sustituyentes pueden ser escogidos entre el grupo que consiste en grupos alcohilo inferior, grupos arilo o átomos de halógeno. Ya que el poli (éter de 2,6-dimetil parafenileno), que en lo que sigue será ci 5 tado también como PPO, es por el momento el representante más importante de dicho grupo de polímeros, el invento se rá descrito con referencia al mismo. Resultará evidente a un técnico en la materia que otros representantes del gru 10 po de los poli(éteres de para fenileno 2,6-disustituído) pueden dar resultados similares.

Tal como en el caso de otros polímeros, las propiedades del hilo fabricado a partir de poli(éter de parafenileno 2,6-disustituído) son muy dependientes de 15 las condiciones utilizadas de hilatura.

Se ha encontrado que a partir de un poli(éter de parafenileno 2,6-disustituído) es posible obtener un hilo que tiene propiedades que lo hacen particularmente apropiado para aplicaciones textiles si el procedimiento 20 se lleva a cabo de tal manera que una solución de hilatura de poli(éter de para fenileno 2,6-disustituído) en un halohidrocarburo alifático es extruída en un baño de coagulación que consiste en 5 a 90% en volumen de dicho halo hidrocarburo y en 95 a 10% en volumen de un líquido en el 25 cual el poli(éter de parafenileno 2,6-disustituído) es in soluble y que es miscible con dicho halohidrocarburo.

Los hilos resultantes son fuertes y flexibles, tienen un brillo mate muy atractivo que es muy sugestivo del de la seda natural; y los tejidos de telar y de punto 30 hechos a partir de los mismos pueden ser lavados en agua



muy caliente (por ejemplo de 100°C) sin resultar indebidamente arrugados. Los artículos hechos de poli(tereftalato de etileno) que han sido considerados hasta ahora como poseedores de la resistencia a las arrugas más favorable, son a este respecto muy inferiores a los productos de acuerdo con el invento. Los hilos obtenidos por el presente invento son por lo tanto particularmente apropiados para la fabricación de prendas de "lavar y poner".

La solución de hilatura, que consiste en una solución del polímero en un halohidrocarburo alifático, puede tener una composición ampliamente variable.

Por ejemplo, además de un halohidrocarburo alifático o una mezcla de halohidrocarburos, la solución puede contener otros disolventes para el polímero. También puede contener líquidos en los que el polímero no se disuelva; pero la cantidad de los mismos no debe ser desde luego tan grande que el polímero no se disuelva en la mezcla de los mismos con el halohidrocarburo utilizado. En el procedimiento de acuerdo con el invento es esencial que como líquido de hilatura se utilice una solución de PPO en un líquido que contenga más de 50% en peso de un halohidrocarburo alifático.

Ejemplos de halohidrocarburos alifáticos apropiados son los siguientes compuestos, o mezclas de los mismos: cloroformo, tricloroetileno, diclorometano, monoclorobenceno, y similares.

Los resultados más favorables se obtienen si el líquido de hilatura es una solución de PPO en cloroformo y la solución de hilatura contiene de 10 a 45 g de polímero por 100 ml de cloroformo; por esto se prefiere la



utilización de dicho líquido de hilatura.

Si como disolvente para el PPO se utiliza cloro
roformo y como baño de coagulación se utiliza una mezcla
de etanol y cloroformo, la regeneración del baño de hila-
5 tura se puede llevar a cabo muy económicamente destilando
el baño de hilatura gastado, separándose por destilación
un azeotropo de cloroformo, etanol y agua, el cual se se-
para a la temperatura ambiente en una fase rica en cloro-
formo y en una fase rica en etanol. La fase rica en cloro
10 formo, cuya composición es aproximadamente de 94,3% en pe-
so de cloroformo, 5,5% en peso de etanol y 0,2% en peso
de agua, puede ser utilizada sin nuevo tratamiento como
disolvente para el polímero en la preparación de la solu-
ción de hilatura. La fase rica en etanol puede ser utili-
15 zada en la preparación de baño de hilatura nuevo.

El líquido de hilatura puede contener también
otros aditivos que son utilizados también para otros polí-
meros hilados por el método de hilatura en húmedo; por
ejemplo: agentes colorantes, pigmentos, estabilizadores
20 al calor, agentes de ayuda de afinidad a los colorantes,
agentes plastificantes, agentes de ayuda de hilatura, etc.
Ejemplos de agentes de ayuda de afinidad a los colorantes
son polímeros sulfonados tal como se describen en la memo-
ria de patente francesa nº. 1.361.067 (8 DB-864) y otros
25 polímeros conductores tal como se describen en la solici-
tudes de patente holandesas nº. 64-11.681 (8 DB-941) y
293.623 (15 D-3.169). Otros compuestos apropiados son los
que contienen grupos que reaccionan con agentes coloran-
tes, tales como polivinilpirrolidona, etc. Desde luego,
30 dicho grupo puede ser también proporcionado en el PPO a



hilar; por ejemplo, es posible hilar un PPO sulfonado.

Es posible también incorporar en el líquido de hilatura polímeros distintos del PPO tales como policarbonatos, poli(tereftalato de etilen glicol), polietileno, polipropileno, polibutadieno-estireno, etc. A este respecto, el poliestireno ocupa un lugar muy especial, a causa de que puede ser mezclado homogéneamente con el PPO, y los hilos hechos de mezclas de PPO y poliestireno tienen propiedades muy apreciables y atractivas. Es cierto que los tejidos de telar y de punto hechos de hilos de PPO son altamente resistentes a la formación de arrugas, pero cualquier arruga formada en los tejidos no puede ser quitada por planchado más que con gran dificultad. Los tejidos de telar y de punto hechos de hilos de mezclas de PPO y poliestireno son muy resistentes a las arrugas, y cualquier arruga puede ser quitada fácilmente por planchado. Además, los hilos hechos de mezclas de PPO y poliestireno son más baratos que los hilos hechos de PPO.

La cantidad de poliestireno en la mezcla puede ser hasta de 70% del peso total. En el caso de mayores porcentajes de poliestireno, la mezcla puede ser todavía hilada pero la resistencia de los hilos es reducida considerablemente.

Se prefiere que el PPO hilado de acuerdo con el invento tenga una viscosidad relativa, medida en una solución al 1% en peso en benceno a 30°C, que esté dentro del margen entre 1,6 y 4,2. Los resultados más favorables se obtienen si esta viscosidad relativa está dentro del margen entre 2,5 y 3,5. Los polímeros que tienen viscosidades más altas que 4,2 pueden dar lugar a dificultades



de hilatura, mientras que en general los polímeros que tienen una viscosidad relativa menor de 1,6 dan hilos cuya resistencia es insuficiente para algunas aplicaciones.

5 Los hilos que consisten en una mezcla homogénea de FPO y poliestireno no han sido descritos anteriormente. Forman parte del presente invento.

Tal como se menciona anteriormente, el baño de coagulación deberá consistir en 5 a 90% en volumen de un halohidrocarburo alifático y en 95 a 10% en volumen de un no-disolvente para el polímero, cuyo no-disolvente es miscible con el halohidrocarburo. La proporción en la que están presentes estos líquidos en el baño de hilatura depende de la naturaleza de estos líquidos.

15 Por ejemplo, la utilización de un no-disolvente que tiene un efecto fuertemente coagulador sobre el polímero requerirá la presencia en la mezcla de una mayor cantidad del halohidrocarburo que la utilización de un no-disolvente que tiene solamente un ligero efecto coagulador sobre el polímero.

20 Para diversas combinaciones de halohidrocarburos y no-disolventes, se dan las siguientes relaciones óptimas.

	<u>Halohidrocarburo</u>	<u>no-disolvente</u>	<u>Proporción</u>
	Cloroformo	Acetona	20:80
25	Cloroformo	Diacetona alcohol	80:20
	Cloroformo	Etanol	40:60
	Diclorometano	Etanol	40:60
	Cloroformo	Dietyl éter	40:60
	Cloroformo	Acetofenona	30:70
30	Cloroformo	Trietanolamina	30:70

27 AGO.



Aunque se obtienen resultados óptimos si se utilizan baños de hilatura que tienen las proporciones antes mencionadas, se pueden esperar resultados razonables si se utilizan diferentes valores.

5 Preferentemente se utilizará un baño de coagulación que consiste en 15 a 80% en volumen del halohidrocarburo y en 85 a 20% en volumen del líquido en el que el polímero es insoluble.

10 Alcoholes alifáticos monovalentes que tienen no más de 5 átomos de carbono dan muy buenos resultados, de manera que se prefiere la utilización de los mismos como un no-disolvente.

15 Una solución de hilatura que contiene cloroformo da resultados muy favorables si está constituida por 60% en volumen de etanol y 40% en volumen de clorofor mo, de manera que se ha de preferir la utilización de dicha mezcla.

20 Con la ayuda de un baño de hilatura de dicha composición se obtiene un magnífico hilo cuyos filamentos componentes tienen una sección transversal redonda.

El baño de hilatura puede contener otros aditivos, tales como otros líquidos o sustancias sólidas disueltas que comunican propiedades especiales al hilo o facilitan el proceso de hilatura.

25 Hilos fabricados por el procedimiento de acuerdo con el invento, si tienen una densidad lineal menor de 0,3 tex. muestran frecuentemente un rizado muy atractivo. En el caso de densidades lineales mayores, se pueden obtener hilos rizados asegurando que la velocidad a la que el
30 hilo es retirado de la hilera sea mayor que la velocidad



a la que el líquido de hilatura es extruído a través de los orificios de la hilera. El grado de rizado puede ser aumentado todavía más sometiendo al hilo seco a una operación de estirado y dejándolo después relajarse.

5 Para mejorar las propiedades del hilo obtenido se recomienda que después que el hilo haya dejado el baño de coagulación sea hecho pasar a través de un segundo baño que consiste sustancialmente en un no-disolvente para el polímero que es miscible con el halohidrocarburo
10 utilizado, tal como etanol. En este segundo baño, parte del halohidrocarburo presente todavía en los hilos es separado de los mismos, lo cual aumenta su resistencia y mejora sus propiedades de estirado, de manera que en el extremo se puede obtener un hilo que tiene propiedades muy
15 favorables.

 En algunos casos es ventajoso que el segundo baño contenga una sal, por ejemplo: acetato de sodio.

 Se ha encontrado que se puede producir un efecto similar al obtenido por la utilización de un segundo
20 baño haciendo gotear un no-disolvente para el polímero, cuyo no-disolvente es miscible con el halohidrocarburo utilizado, sobre el hilo después de que éste ha dejado el baño de hilatura; este método ha de ser recomendado a causa de su simplicidad.

25 El tratamiento últimamente mencionado se efectúa preferiblemente sobre el primer rodillo con el que el hilo entra en contacto después que ha dejado el baño de hilatura.

 Después que el hilo ha dejado el baño de coagulación y preferentemente después de un paso a través de
30



27

dicho segundo baño o un tratamiento, tal como se describe anteriormente, con un no-disolvente para el polímero, el hilo es estirado con la finalidad de mejorar sus propiedades. Los resultados más favorables se obtienen si los hilos son estirados mientras están todavía en el estado húmedo; y por esto la operación de estirado se lleva a cabo preferiblemente inmediatamente después del tratamiento antes mencionado con un no-disolvente.

Antes del proceso de estirado pueden ser aplicados a la superficie del hilo compuestos que son incorporados en el mismo durante el estirado. Dicha técnica por sí misma está descrita, para hilos de otros polímeros, en las memorias de las patentes francesas 1.089.381 y 1.236.688.

De esta manera es posible, por ejemplo, incorporar eficazmente en el hilo estabilizadores tales como compuestos que protegen al hilo de la descomposición bajo la influencia de la luz y/o del oxígeno; por ejemplo 2,4-dihidroxibenzofenonas o 2-mercaptobenzimidazol.

Se prefiere que esta introducción de estabilizadores en el hilo durante el estirado del mismo se lleve a cabo incorporando estos compuestos en el no-disolvente para el polímero con el cual el hilo es puesto en contacto después que ha dejado el baño de coagulación.

Se ha encontrado que la protección contra la descomposición bajo la influencia de la luz es particularmente eficaz si se incorpora un estabilizador frente a la luz ultravioleta a un polímero que es dispuesto alrededor del hilo en forma de funda. Este procedimiento, que es conocido de por sí para ser aplicado en el caso de otros hilos, da resultados particularmente favorables en el caso



de hilos de PPO. Las fibras hiladas son humedecidas, preferiblemente antes del proceso de estirado, con una solución de un polímero tal como acetato de celulosa, poliacetato de vinilo, polimetacrilato de metilo, poliacido
5 acrílico, poli alcohol vinílico, poliacrilonitrilo, etc., en un disolvente que contiene también el estabilizador deseado. Después que el disolvente ha sido evaporado o el polímero ha precipitado por medio de un coagulante, el estabilizador está presente en la funda de polímero forma
10 da sobre el hilo. Es innecesario indicar que por la elección del polímero y de las sustancias incorporadas en el mismo, es posible también modificar otras propiedades del hilo de PPO, tales como poder adhesivo, afinidad a los colorantes, hidrofilia, color, carga electrostática, etc.

15 Se puede obtener un hilo que tiene propiedades muy especiales si, después que el hilo ha dejado el baño de hilatura, cuando contiene todavía de 5 a 50% en peso del halohidrocarburo utilizado como disolvente, este es puesto rápidamente a una temperatura entre 100°C y el
20 punto de fusión del hilo. Como resultado, el disolvente presente en el hilo se evapora más o menos explosivamente, de manera que se forman pequeñas cavidades en el hilo y el hilo resulta muy voluminoso. De esta manera se comunican al hilo un cierto número de propiedades que lo hacen
25 muy apropiado para su utilización en aplicaciones especiales.

Debido a su bajo peso específico, un hilo así fabricado es muy apropiado para ser utilizado para la fabricación de tejidos muy ligeros que tienen un poder cubriente satisfactorio. Teniendo en cuenta la naturaleza
30

27 AGO 1958



del polímero, estos tejidos ligeros son altamente resis-
tentes a la formación de arrugas, de manera que pueden
ser lavados en agua hirviendo. Esta combinación de propie-
dades favorables hace posible fabricar a partir de estos
5 hilos productos textiles que muestran unas propiedades tan
favorables que no se pueden obtener utilizando cualquiera
de los productos fibrosos hasta ahora conocidos. Estos hi-
los voluminosos son particularmente apropiados para ser
utilizados en la fabricación de prendas de "lavar y poner
10 de peso ligero".

El caldeo de hilo por encima de 100°C se pue-
de efectuar por cualquier medio, por ejemplo por medio de
rayos infrarrojos, de una corriente de gas caliente, de
un baño de líquido caliente, o de una superficie calenta-
15 da tal como una espiga de estirado caliente.

Preferentemente el caldeo se lleva a cabo ha-
ciendo pasar el hilo a través de un segundo baño, que en
este caso deberá tener una temperatura por encima de 100°C.
Este segundo baño puede consistir en cualquier líquido que
20 pueda ser calentado a la temperatura deseada y que no ata-
que seriamente al hilo durante el tratamiento del mismo.
Ejemplos de líquidos apropiados son aceite de silicona,
etilen glicol, glicerina, aleación de Wood, etc.

Ya que se obtienen resultados muy favorables
25 con glicerina, se ha de preferir la utilización de la mis-
ma. Cualquier cantidad de glicerina que se adhiere al hi-
lo después que este haya dejado el baño, puede ser separa-
da de una manera simple lavando con agua.

El hilo voluminoso fabricado de la manera an-
30 tes indicada es voluminoso especialmente en el núcleo. La



funda es relativamente lisa, de manera que el hilo puede ser tratado con excelentes resultados en las máquinas textiles usuales.

5 Para mejorar la resistencia del hilo voluminoso, este puede ser sometido, desde luego, a un proceso de estirado. Este estirado puede tener lugar antes o después de que el hilo haya sido tratado en el baño caliente. Ya que los resultados más favorables se obtienen si el estirado tiene lugar cuando el hilo está en el baño caliente, este método de estirado ha de ser preferido.

10 El hilo, cuando está siendo calentado a una temperatura por encima de 100°C, deberá contener de 5 a 50% en peso de halohidrocarburo, calculado sobre el hilo seco. Si contiene menos de 5% en peso, el hilo no será luminoso. Si el hilo contiene más de 50% en peso, su resistencia es reducida, durante el calentamiento, de forma tan considerable que el proceso ya no es practicable. Tanto en lo que concierne a la calidad del hilo resultante como a la practicabilidad del procedimiento, los resultados más favorables se obtienen si el hilo contiene entre 12 y 18% de halohidrocarburo, de manera que se ha de preferir dicho porcentaje.

15 Si el hilo es calentado en un segundo baño, la temperatura de dicho baño puede variar entre límites relativamente amplios. En general se escogerá dicha temperatura al menos 80°C más alta que el punto de ebullición del halohidrocarburo utilizado como disolvente. Desde luego, el límite superior del margen de temperaturas está en el punto en que el hilo pierde tanto de su resistencia que ya no puede ser hecho pasar a través del baño caliente.



De la manera antes descrita es posible fabricar a partir de PPO hilos hasta ahora desconocidos que tienen un peso específico entre 0,2 y 0,8. Estos nuevos hilos forman parte del presente invento.

5 La técnica antes descrita puede ser utilizada también para la fabricación de hilos de mezclas de PPO y poliestireno; dichos hilos fabricados a partir de una mezcla homogénea de PPO y poliestireno y que tienen un peso específico entre 0,2 y 0,8 forman también parte del invento.

10

Los hilos obtenidos de acuerdo con el invento tienen la ventaja sobre cualquier hilo conocido que sin la incorporación en ellos de agentes deslustrantes muestran un brillo mate muy atractivo y de que pueden ser transformados en tejidos de telar y de punto que tienen una alta resistencia a las arrugas. Por examen microscópico se puede observar que, incluso si el hilo no ha sido sometido después de la hilatura a un tratamiento térmico, es más o menos poroso.

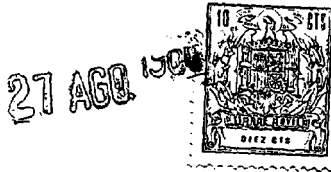
15

20 Es digno de atención que a partir del mismo material, por ejemplo por hilatura en seco, se obtiene un hilo que tiene un aspecto completamente diferente y no es poroso.

Debido al notable aspecto y a la gran flexibilidad de los hilos obtenidos de acuerdo con el invento, éstos son apropiados para la fabricación de una amplia variedad de productos textiles de alta calidad. El aspecto de tejidos de telar compuestos de estos hilos se parece mucho al de los tejidos de seda natural.

25

30 El invento será descrito más aún en los si-



güentes ejemplos.

Ejemplo I

5 20 partes en peso de poli(éter de 2,6-dimetil
parafenileno) que tiene una viscosidad relativa de 2,10
(medida sobre una solución al 1% en peso en benceno a
30°C), son disueltas en 150 partes en peso de cloroformo.
Después que el polímero se ha disuelto, la solución resul
tante es dejada reposar durante unas pocas horas, después
10 de lo cual es filtrada.

La solución de hilatura es extruida, por medio
de una bomba de engranajes, a través de una hilera con 20
orificios de 80 micras de diámetro en un baño de coagula
ción que consiste en una mezcla de 60% en peso de etanol
15 y 40% en peso de cloroformo.

La temperatura de la solución de hilatura y
del baño de coagulación es de 20°C.

La solución de hilatura es extruida a través
de los orificios de hilatura a una velocidad de 11 m/minu
20 to. En el baño de coagulación los chorros extruidos de so
lución de hilatura se coagulan para formar un hilo que es
sacado de la hilera a una velocidad de 11 metros por minu
to.

La longitud del baño de coagulación es de 100
25 cm. Después que el hilo ha dejado el baño de coagulación,
es transportado a través de un segundo baño, que consiste
en etanol. La longitud de este segundo baño es de 10 cm.
La velocidad de hilo en este baño es la misma que en el
baño de coagulación.

30 Después que el hilo ha dejado este segundo ba



ño, el hilo, que está todavía húmedo, es estirado para
aumentar su longitud en 200% entre dos rodillos que giran
a velocidades diferentes. A este fin, el hilo pasa sobre
este segundo rodillo a una velocidad de 33 metros por mi-
5 nuto. Después que el hilo ha dejado este último rodillo
es arrollado y es subsiguientemente secado durante 16 ho-
ras en vacío a 80°C.

El hilo obtenido tiene una sección transver-
sal redonda, una resistencia de 32 g/tex. y un alargamien-
10 to de 28%.

Un tejido de punto constituido por este hilo
es muy flexible, tiene un brillo mate muy atractivo y
muestra un alto grado de resistencia a las arrugas, inclu-
so cuando es lavado en agua a 95°C. En este aspecto últi-
15 mamente mencionado, el hilo es muy superior a los materia-
les de partida textiles hasta ahora conocidos, tales como
materiales de fibras naturales, poliamidas o poliestéres.

Ejemplo II

20 Se prepara una solución de 30 partes en peso
de poli (éter de 2,6-dimetil parafenileno) en 150 partes
en peso de cloroformo, a cuya solución se añaden 0,6 par-
tes en peso de 2,4-dihidroxibenzofenona.

Después de filtración, esta solución de hila-
25 tura es hilada, de la manera indicada en el Ejemplo I, en
un baño de coagulación que consiste en 55% en peso de eta-
nol y 45% en peso de cloroformo.

El hilo formado en el baño de coagulación es
ulteriormente tratado tal como se indica en el Ejemplo I.
30 El hilo resultante tiene una resistencia de 38 g/tex. y un

alargamiento de 22%.



Ejemplo III

5 Un hilo es hilado de la manera descrita en el Ejemplo I, excepto que esta vez no se utiliza un segundo baño. En lugar de ello, después que el hilo ha dejado el baño de coagulación, se hace gotear etanol sobre el mismo.

10 Aparte de esto, el procedimiento es el mismo que el descrito en el Ejemplo I. El hilo resultante tiene una resistencia de 30 g/tex. y un alargamiento de 29%.

Ejemplo IV

15 Un hilo es hilado de la manera descrita en el Ejemplo I, excepto que el baño de coagulación consiste en una mezcla de 20% en peso de metanol, 20% en peso de etanol, 20% en peso de isopropanol y 40% en peso de cloroformo.

20 El hilo resultante es apenas diferente, o no lo es en absoluto, del hilo obtenido de acuerdo con el Ejemplo I.

Ejemplo V

25 Un hilo es hilado de la manera descrita en el Ejemplo I. Esta vez sin embargo, el disolvente contenido en la solución de hilatura consiste en 50% en peso de cloroformo y 50% en peso de diclorometano, y el baño de coagulación consiste en una mezcla de 60% en peso de n-butanol y 40% en peso de diclorometano.

30 El hilo resultante difiere apenas, si difiere



algo, del hilo obtenido en el Ejemplo I.

Ejemplo VI

5 Un hilo es hilado de la manera descrita en el Ejemplo I, excepto que la solución de polímero contiene 6% en peso (calculado sobre el peso del polímero) de un copolímero de 70% en peso de butadieno y 30% en peso de estireno. En este caso, el segundo baño contiene 4% en peso de tiosulfato de sodio además de etanol. Parte del
10 tiosulfato de sodio es incorporado al hilo durante el estirado. El hilo es hecho pasar entonces a través de un baño ácido en que se descompone el tiosulfato y se deposita azufre en el hilo. El hilo que contiene azufre es calentado a 150°C, como resultado de lo cual el caucho sintético
15 presente en el mismo es vulcanizado. El hilo obtenido tiene propiedades mecánicas que son iguales a las del hilo obtenido de acuerdo con el Ejemplo I, pero su solubilidad en disolventes orgánicos es considerablemente menor.

Ejemplo VII

20

Un hilo es hilado de la manera indicada en el Ejemplo I, excepto que en este caso se utiliza un tubo de hilatura a través del cual el líquido del baño de hilatura pasa a una velocidad que es el 80% de la del hilo. El
25 diámetro del tubo de hilatura es de 16 mm y su longitud es de 100 cm.

El hilo es retirado del primer baño a una velocidad de 40 m/minuto, y después que el hilo ha dejado el segundo baño, es estirado a una velocidad de 100 metros/minuto.
30



El hilo final tiene una resistencia de 25 g/tex. y un alargamiento del 20%.

Ejemplo VIII

5 Un hilo es hilado de la manera descrita en el Ejemplo I. Esta vez, sin embargo, se utiliza un segundo baño que consiste en una solución de 3% en peso de acetato de sodio en butanol. La temperatura de este segundo baño es de 100°C.

10 La velocidad del último rodillo no es de 33 m/minuto, como en el Ejemplo I, sino de 40 m/minuto.

El hilo resultante tiene una resistencia de 45 g/tex. y un alargamiento de 19%.

Ejemplo IX

15 Una solución de 22 g de PFO en 100 ml de cloroformo es extruida a través de una hilera provista con un orificio de 300 micras de diámetro. La velocidad de extrusión es de 1,5 m/minuto. La hilera está montada en un
20 baño de hilatura que tiene una longitud de 100 cm y una temperatura de 20°C y consiste en una mezcla de 40% en volumen de cloroformo y 60% en volumen de etanol. Después que el hilo formado ha dejado este baño, se le dan seis
25 vueltas alrededor de una combinación de un primer rodillo accionado y una espiga de guía, después de lo cual es hecho pasar a través de un baño de glicerina que tiene una
30 temperatura de 140°C. El hilo es retirado del baño por medio de un segundo rodillo accionado, cuya velocidad periférica es 5 veces la del primer rodillo, es guiado a través de un baño de etanol y después, por medio de un ter-



cer rodillo, cuya velocidad periférica es 1,1 veces la del segundo rodillo, es arrollado sobre una bobina y es secado. El hilo así obtenido tiene una densidad lineal de 1,6 tex., una resistencia de 24 g/tex., un alargamiento de 30%, una porosidad de 60% y un peso específico de 0,4.

Ejemplo X

Un hilo es hilado de la manera descrita en el Ejemplo IX, excepto que se utiliza una hilera provista de 20 orificios redondos de 80 micras de diámetro. La composición del baño de hilatura es ahora de 30% en volumen de cloroformo y de 70% en volumen de etanol. Las velocidades periféricas del primero, del segundo y del tercer rodillo son ahora de 10, 35 y 35 m/minuto, respectivamente. La temperatura del baño de glicerina caliente es ahora de 150°C.

El hilo obtenido tiene una densidad lineal de 9 tex., una resistencia de 15 g/tex., un alargamiento de 20% y un peso específico de 0,4.

Ejemplo XI

Una solución en 100 ml de cloroformo de 22 g de PPO que tiene una viscosidad relativa de 2,55 (medida sobre una solución al 1% en peso en benceno a 30°C) es extruida a través de una hilera provista de un orificio de 200 micras de diámetro en un baño de hilatura que consiste en 40% en volumen de cloroformo y 60% en volumen de etanol. La temperatura del baño de hilatura es de 20°C y su longitud es de 100 cm. El hilo formado en el baño de hilatura es retirado del mismo a una velocidad de 3 m/mi-



nuto por medio de una combinación de un primer rodillo accionado y una espiga de guía alrededor de la cual se le dan al hilo 13 vueltas, después de lo cual éste es guiado a una segunda combinación de un rodillo accionado y una espiga de guía, alrededor de la cual se le dan al hilo 8 vueltas. La velocidad periférica del segundo rodillo es de 10 m/minuto. A partir de este segundo rodillo el hilo es hecho pasar a un baño de glicerina que tiene una temperatura de 140°C, y después por medio de un tercer rodillo accionado (velocidad 13 m/min.) a un baño de etanol. Subsiguientemente, el hilo es enrollado en bobina y es secado. El hilo obtenido tiene una densidad lineal de 1,6 tex., una resistencia de 20 g/tex., un alargamiento de 35%, una porosidad de 60% y un peso específico de 0,4.

15

Ejemplo XII

2.400 g de una mezcla de PPO y poliestireno, (cuyas viscosidades relativas medidas en soluciones al 1% en benceno a 30°C son de 3,2 y 2,4 respectivamente) son disueltos a la temperatura ambiente en 10 l de cloroformo. La solución así obtenida es filtrada y sirve como solución de hilatura.

20

La solución es extruida, por medio de una bomba de engranajes, a través de una hilera con 20 orificios de 80 micras de diámetro en un baño de coagulación contenido en una cubeta. El líquido de coagulación consiste en una mezcla de 40% en volumen de cloroformo y 60% en volumen de etanol, y tiene una temperatura de 20°C. La solución de hilatura es extruida a través de los orificios de hilatura a una velocidad de 10 m/minuto. En el líquido de

25

30

27 AGO 

5 coagulación los chorros extruidos de solución de hilatura se coagulan para formar un hilo constituido por 20 filamentos. Por medio de un rodillo, el hilo es sacado de la hilera a una velocidad de 11 m/minuto. El hilo pasa a través del baño de coagulación a lo largo de una distancia de 100 cm.

10 Después que el hilo ha dejado el rodillo es transportado a través de un segundo baño a 20°C, que consiste en etanol en el que se ha disuelto 0,15% en peso de acetato de sodio. La distancia a lo largo de la cual el hilo es hecho pasar a través de este segundo baño es de 40 cm.

15 En este baño el hilo es estirado para aumentar su longitud en 180%. El hilo (8 tex.) es entonces enrollado en bobina y es secado durante 16 horas en vacío a 80°C.

En los experimentos a a i el porcentaje de PPO en la mezcla es hecho variar desde 100 a 20. Los resultados están tabulados seguidamente.

TABLA

Experimento	PP0 en gramos	Poliestireno en gramos	% en PP0 % de poliestireno	Resistencia a la rotura (g/tex)	Alargamiento en la rotura (%)
a	2400	0	100/0	42,1	18,0
b	2160	240	90/10	41,3	21,7
c	1920	480	80/20	40,7	21,4
d	1680	720	70/30	39,8	21,0
e	1440	960	60/40	31,4	21,8
f	1200	1200	50/50	30,1	17,9
g	960	1440	40/60	21,9	17,5
h	720	1680	30/70	17,4	17,0
i	480	1920	20/80	11,2	16,8





La tabla muestra que un porcentaje de 70% de poliestireno dá todavía hilos que tienen una resistencia satisfactoria.

5 Los hilos no están rizados, tienen una sección transversal redonda y un bajo peso específico. Tejidos de punto constituidos por los hilos obtenidos en los experimentos b a i son muy flexibles, tienen un brillo mate muy atractivo, son de color blanco y muestran un alto grado de resistencia a las arrugas, y pequeñas arrugas, si las hay, pueden ser quitadas por planchado.

10 Cuando estos tejidos son teñidos a 95°C, o cuando son lavados en agua a esta temperatura, no se arrugan. Cuando son cortados en fibras que son tratadas para obtener un hilado, se obtiene un hilado que no forma bolitas.

Ejemplo XIII

El experimento d del Ejemplo XII es repetido. En este caso, sin embargo, 1680 g de PPO y 720 g de poliestireno son disueltos en 10 litros de tricloroetileno en lugar de en cloroformo, y el baño de coagulación consiste en 30% en volumen de tricloroetileno más 70% en volumen de etanol en lugar de 40% en volumen de cloroformo más 60% en volumen de etanol.

25 El hilo obtenido tiene una resistencia a la rotura de 40,2 g/tex. y un alargamiento de 20,6%. En otros aspectos el hilo no es diferente del obtenido en el Ejemplo XII d.

Ejemplo XIV

30 Se repite el Ejemplo XII d. Sin embargo, el ba

27 AGO 1963



ño de coagulación y el segundo baño contienen metanol en lugar de etanol.

5 El hilo obtenido tiene una resistencia de 40,9 g/tex., una sección transversal redonda y no muestra rizado. En otros aspectos, este hilo es el mismo que el obtenido en el Ejemplo XII d.

Ejemplo XV

10 Se repite el Ejemplo XII d. En este caso, sin embargo, se utiliza una hilera con 100 orificios, y el hilo es sacado de la hilera a una velocidad de 15 m/min. En el baño de coagulación el hilo es estirado consiguientemente hasta un grado considerable, ya que la solución de hilatura es extruída a través de los orificios a una velocidad de 10 m/min.

15 En el segundo baño el hilo es estirado para aumentar su longitud en 85%.

20 El hilo secado muestra un rizado satisfactorio, que puede ser incluso mejorado estirando el hilo mientras está en estado seco, en un 15%, después de lo cual el hilo es dejado relajarse.

25 Un tejido de punto constituido por este hilo no se arruga. Tejidos de telar hechos de fibras cortas obtenidas cortando el hilo son voluminosos y no forman bolitas.

Ejemplo XVI

30 1300 g de poli(éter de 2,6-dimetil-parafenileno) que tiene una viscosidad relativa de 3,2 y 700 g de poliestireno que tiene una viscosidad relativa de 2,4 son

27 AGO



disueltos a 50°C en 10 litros de 1,2-dicloroetano.

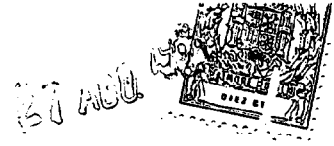
Después que la solución de hilatura a 50°C ha sido filtrada, es extruida a través de una hilera con 20 orificios de 80 micras de diámetro en un líquido de coagulación contenido en una cubeta. El líquido de coagulación consiste en una mezcla de 40% en volumen de 1,2-dicloroetano y 60% en volumen de etanol, y tiene una temperatura de 35°C. La solución de hilatura es extruida a través de los orificios de hilatura a una velocidad de 10 m/minuto. Por medio de un rodillo, el hilo obtenido es sacado de la hilera a una velocidad de 11 metros por minuto. Después que el hilo ha dejado el rodillo es hecho pasar a través de un segundo baño que tiene una temperatura de 40°C y que consiste en etanol. En este baño el hilo es estirado para aumentar su longitud en 155%. El hilo (8 tex) es entonces enrollado en bobina y es secado en vacío a 80°C.

El hilo (8 tex.) no está rizado y tiene una resistencia de 34 g/tex. Tejidos de punto o de telar obtenidos con este hilo o con hilados hechos a partir del mismo son altamente resistentes a las arrugas, pueden ser planchados y no formar bolitas.

Ejemplo XVII

Se repite el Ejemplo XVI. Sin embargo, en este caso el poli (éter de 2,6-dimetilparafenileno) y el poliestireno son disueltos a 20°C en 1,1,2,2-tetracloroetano.

El baño de hilatura a 20°C consiste en 40% en volumen de 1,1,2,2-tetracloroetano y 60% en volumen de etanol. El hilo recientemente hilado es estirado en el segundo baño para aumentar su longitud en 180%.



El hilo obtenido (8 tex.) no muestra rizado y tiene una resistencia de 38 g/tex. Puede ser tratado excelentemente para obtener tejidos de telar y de punto flexibles y resistentes a las arrugas que no forman bolitas.

5

Ejemplo XVIII

2.200 g de poli(éter de 2,6-dimetilparafenile no) que tiene una viscosidad relativa de 3,2 y 770 g de poliestireno que tiene una viscosidad relativa de 2,4, son disueltos en 10 litros de cloroformo a 20°C. Después de filtración, la solución de hilatura a 20°C es extruida a través de una hilera con 20 orificios de 80 micras de diámetro en un líquido de coagulación contenido en una cubeta. En los experimentos a a g los líquidos de coagulación a 20°C contienen respectivamente, además de cloroformo, como no-disolventes: 20% en volumen de acetona, 90% en volumen de éter de petróleo (punto de ebullición 60-80°C), 60% en volumen de dimetilformamida, 60% en volumen de acetato de etilo, 60% en volumen de di-n-butiléter, 50% en volumen de ácido acético y 60% en volumen de metil etil cetona.

La solución de hilatura es extruida a través de los orificios de hilatura a una velocidad de 10 m/minuto. Por medio de un rodillo los hilos son sacados de la hilera a una velocidad de 11 m. por minuto. Después que los hilos han dejado el rodillo son hechos pasar a través de un segundo baño a 40°C que consiste en etanol y 0,15% en peso de acetato de sodio. En este baño los hilos son estirados para aumentar su longitud en 180%, 200%, 180%, 160%, 170%, 180% y 180%, respectivamente. Después de es-



to, los hilos (8 tex.) son enrollados en bobinas y son se
cados en vacío a 80°C. No muestran rizado y son de sec-
ción transversal redonda.

5 La presente solicitud que corresponde a la
presentada en Holanda, el 28 de Agosto de 1.965, bajo el
número 65-11263 y 1 de Marzo de 1.966, número 66-02607,
se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Es-
tatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

10 Los puntos de invención propia y nueva que
se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los si
guientes:

15 1.- Un procedimiento para la hilatura en húme-
do de hilos de poli-(éteres de parafenileno 2,6-disusti-
tuído), caracterizado porque una solución de hilatura de
poli(éter de parafenileno 2,6-disustituído) en un halohi-
drocarburo alifático es extruida en un baño de coagula-
ción que consiste en 5 a 90% en volumen de dicho halohidro-
carburo y 95 a 10% en volumen de un líquido en el que el
20 poli(éter de parafenileno 2,6-disustituído) es insoluble,
y que es miscible con dicho halohidrocarburo.

24 2.- Un procedimiento según la reivindicación
1, caracterizado porque el baño de coagulación consiste
en 15 a 80% en volumen del halohidrocarburo y 85 a 20% en

27 AGO



volumen del líquido en el que el polímero es insoluble.

3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el polímero es poli(éter de 2,6-dimetilparafenileno).

5 4.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la solución de hilatura contiene también poliestireno.

10 5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque en la solución de hilatura no más del 70% de la sustancia sólida es poliestireno.

6.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el halohidrocarburo alifático es cloroformo.

15 7.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque como líquido en el que el polímero es insoluble, el baño de coagulación contiene un alcohol alifático que no tiene más de 5 átomos de carbono.

20 8.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la velocidad a la que el hilo es sacado de la hilera es más alta que la velocidad de extrusión de la solución de hilatura.

25 9.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el hilo recientemente hilado es tratado posteriormente en un segundo baño que consiste en un líquido no-disolvente para el hilo.

30 10.- Un procedimiento de acuerdo con una cual

27 AGO



quiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el hilo, cuando contiene todavía de 5 a 50% en peso del halohidrocarburo utilizado como disolvente, es llevado rápidamente a una temperatura entre 100°C y el punto
5 de fusión del hilo.

11.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 9 y 10, caracterizado porque el hilo es llevado rápidamente a una temperatura en el segundo baño que está calentado por encima de 100°C.

10 12.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9 u 11, caracterizado porque el hilo es sometido a un proceso de estirado en el segundo baño.

13.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado
15 porque como baño de hilatura se utiliza una mezcla de etanol y cloroformo que es destilada después de la utilización, siendo destilado un azeotropo de etanol, cloroformo, y agua el cual, a la temperatura ambiente, se separa en dos fases, utilizándose la más pesada de las dos fases
20 como disolvente para el polímero.

14.- Un procedimiento para la hilatura en húmedo de hilos de poli-(éteres de parafenileno 2,6-disustituido).

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.



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

Madrid,

27 AGO 1900

P. A.

Alberto de Elzabeta
Profesor