

PATENTE DE INVENCION

=====
Ref: Case 30-Q/I 22,000,000



332,029

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para mejorar las características de hilatura de una mezcla resinosa".


=====

Solicitante: THE FIRESTONE TIRE & RUBBER COMPANY, entidad norteamericana, residente en Akron 17, Ohio, EE.UU. de A.

=====

Este invento se refiere, según se indica, a una composición de materia de novedad y, de una forma más particular a una composición de materia que posee características mejoradas para su hilatura. De un modo aún más específico, este invento se refiere

5.

22 OCT. 

5. a la obtención de mejoras en las características de hilatura en fundido de un poliéster disperso en una poliamida incorporando en el mismo una pequeña cantidad del producto de la reacción de un poliéster con una poliamida.

10. Las composiciones de este invento se caracterizan por sus valiosas propiedades que las hacen especialmente útiles como materiales de los que se pueden trefilar o hilar mediante aparatos corrientes de hilatura filamentos o fibras en cordón de cuyos filamentos o fibras pueden elaborarse cordones o cuerdas que tienen una utilidad particular para reforzar artículos de goma, especialmente materiales de cordelería para su empleo en la fabricación de llantas neumáticas.

15. La principal dificultad que ofrecen los artículos de goma reforzados con cordones de nylon se halla relacionada con la propiedad que tiene el nylon de "fluir en frío" que, en el caso de los neumáticos da por resultado una situación inofensiva pero indeseable conocida como "partes planas". Esto ocurre cuando los neumáticos de goma o caucho reforzados con cordón de nylon colocados en un automóvil se mantienen inmóviles durante un período considerable de tiempo. La "parte plana" se produce en el sitio donde el neumático ha estado en contacto con el pavimento. Mientras los neumáticos no hayan rodado durante un corto período de tiempo después de una larga permanencia de inmovilización, el conductor notará un golpeteo indeseable que pronto desaparece.

22 OCT. 1944

- Incorporando poliésteres, particularmente poli-
(alquileno tereftalato) en el que el grupo alquileno
contiene de 2 a 4 átomos de carbono, v.g., poli(etile-
no tereftalato) como una fase y una poliamida, parti-
cularmente poli(amino ácidos) o poli(lactamas), v.g.,
5. Nylón-6 [poli(epsilón-caprolactama)] y poli (enarto
lactama) como una fase separada se reduce la indesea-
ble propiedad de "fluir en frío" que tiene el nylon
hasta un punto en el que casi no se nota la "parte
10. plana" en los neumáticos de goma reforzada. Por consi-
guiente, los artículos de goma o caucho reforzados con
filamentos o cordones elaborados con los compuestos
del presente invento muestran propiedades grandemente
reducidas de "flujo en frío".
15. Una de las dificultades que se encuentran en
la producción de cuerdas o cordones partiendo de estas
mezclas físicas de poliésteres dispersos en una fase
continua de una poliamida se debe a sus característi-
cas de hilatura. Estos materiales se hilan a través
20. de una hilera corriente extruyendo la mezcla bajo pre-
sión a una temperatura ligeramente superior al punto
de fusión del componente de temperatura más elevada de
fusión. Cuando se hila la mezcla sin la inclusión del
aditivo de acuerdo con los principios de este invento
se hallan dificultades en la hilatura.
25. Las dificultades halladas comprenden la falta
de uniformidad en el diámetro de la tira de filamen-
tos que sale de la hilera, siendo la variación sufi-
ciente en ocasiones para que se reduzca el diámetro
hasta un punto en el que ocurre la rotura de la fi-
30. bra. Otra dificultad radica en el hecho de que la ga-



22 OCT

ma de temperaturas de hilatura es muy limitada.

- Se ha descubierto que se pueden mejorar las características de hilatura de una mezcla física de un poliéster y una poliamida incorporando en la mezcla una pequeña cantidad del producto de la reacción de un poliéster con una poliamida y particularmente un producto de reacción del mismo poliéster y la misma poliamida empleados para componer la mezcla. En general, de 0,5 a 20 partes del producto de la reacción por 100 partes de la mezcla serán suficientes para mejorar las características de hilatura de la total composición. La inclusión del producto de la reacción no solamente mejora las mezclas, susceptibles de ser hiladas, con respecto a sus características de hilatura, sino que también dicha inclusión hace posible la hilatura de mezclas que en ausencia de los agentes de adición citados no podrían hilarse o rendirían unos productos deficientemente hilados. El grado de concentración del poliéster con relación a la poliamida queda así aumentado al igual que el número y tipo de poliésteres y poliamidas que pueden mezclarse con éxito entre sí para obtener compuestos susceptibles de ser hilados.

- Para la consecución de las finalidades citadas anteriormente y otras con ellas relacionadas, este invento consiste en los principios expuestos y apuntados de una forma particular en las reivindicaciones adjuntas, exponiendo la descripción siguiente y los dibujos adjuntos ciertas formas ilustrativas de realización del invento que, no obstante, constituyen sólo-



mente algunas de las diversas formas de aplicación de los principios del presente invento.

5. Expuesto con brevedad, el presente invento consiste en un procedimiento para mejorar la calidad de hilatura de una dispersión resinosa de un poliéster en una poliamida que comprende las etapas o estadios de preparar un producto de reacción de un poliéster que tenga una temperatura de fusión de 200°C por lo menos y una poliamida cuya temperatura de fusión sea
10. al menos de 175°C . El producto de la reacción, como se le denominará en adelante, se incluye en una mezcla resinosa compuesta de 25 a 65 partes en peso de un poliéster que tenga una temperatura de fusión de 200°C , por lo menos y una viscosidad intrínseca del
15. orden de 0,6 a 1,2 como una fase, y de 75 a 35 partes en peso de una poliamida en la que la unidad polímero contenga de 6 a 21 átomos de carbono y una viscosidad relativa a 25°C en H_2SO_4 (al 98 %) concentrado del orden de 2,5 a 3,2 como la otra fase. El componente re-
20. sinoso de la concentración más elevada es normalmente una fase continua de la dispersión y el componente de menor concentración es la fase discontinua. En general, la cantidad de producto de la reacción añadido a la dispersión es del orden de 0,5 a 20 partes en peso
25. de producto de la reacción por cada 100 partes en peso de la dispersión resinosa. Este invento consiste también en una composición susceptible de ser hilada según se expuso anteriormente. Todas las partes se dan en peso a lo largo de la memoria.
- 30.



22 OCT. 1955

COMPONENTES DE MEZCLAS RESINOSAS

Según se ha indicado anteriormente, las dispersiones resinosas del presente invento, son una mezcla íntima de un poliéster y una poliamida, que es un

5. poli(amino ácido) o una poli(lactama). La cantidad de poliéster varía entre un 25 % y un 65 % en peso de toda la mezcla. Esta concentración tiene gran importancia. Con una concentración inferior al 25 % de resina de poliéster, no se observa el problema de "partes

10. planas" o la inhibición del "flujo en frío" en el nylon hasta un grado que sea satisfactorio. Con una concentración superior al 65 % del poliéster, no se encuentran dificultades en la hilatura. Así, las composiciones del presente invento se encuentran limitadas

15. de una forma precisa entre los márgenes del 25 al 65% en peso de dispersión de poliéster en un 75 a un 35 % en peso de la poliamida.

Para formar composiciones resinosas susceptibles de ser hiladas, según este invento, se emplean

20. componentes resinosos que se puedan hilar. En cuanto a los poliésteres, particularmente los poli(alquilenaril dicarboxilatos), aquellos polímeros que tienen un peso molecular medio del orden de 16.000 a 30.000 son susceptibles de hilatura. Dicho de otro modo, es-

25. tos poliésteres tienen una viscosidad intrínseca del orden de 0,6 a 1,2. Los alquilendicarboxilatos preferidos contienen de 2 a 12 carbonos en el grupo alquilenaril y son los alquilendarildicarboxilatos. Los grupos alquilenos pueden ser de cadena ramificada o de cadena lineal. Estos materiales se pueden encontrar en el

30.



- mercado, siendo el poliéster más útil el poli(etilen tereftalato) que tiene una viscosidad intrínseca comprendida dentro de los límites citados. Otros poli(alquilenarildicarboxilatos) que tienen un peso molecular medio comprendido en los límites citados anteriormente y una viscosidad intrínseca del orden de 0,6 a 1,2 comprenden poli(propilentereftalato); poli(butilentereftalato); poli(hexametilentereftalato); poli(octametilentereftalato); poli(decametilentereftalato); y poli(dodecametilentereftalato).

- El poliéster debe tener un punto de fusión de por lo menos 200°C , y mejor aún si es superior a 200°C , v.g., de hasta 275°C . Se necesitan temperaturas de fusión de por lo menos 200°C para su utilización en cordones para neumáticos y, con este fin, el poliéster empleado normalmente es tereftalato. Es preferible que los ácidos aril dicarboxílicos sean simétricos, particularmente cuando se utilizan en tejidos para neumáticos y comprenden, por ejemplo, ácido tereftálico, ácido sim-bifenil dicarboxílico, ácido difenil metano dicarboxílico (preferiblemente el 4,4'-isómero); difenil-1, ácido 2-etano dicarboxílico, ácido naftoico y antraceno dicarboxílico, etc. Los ácidos que contienen de 8 a 16 átomos de carbono, o más.

- La poliamida lineal debe tener un punto de fusión por lo menos de 175°C o 200°C y preferiblemente superior, como por ejemplo, 225, 240, 250 o 275°C . Para fibras empleadas en neumáticos el punto de fusión debería ser de 300°C por lo menos. Las poliami-



- das que pueden emplearse comprenden aquellas derivadas de ácidos dicarboxílicos como son, por ejemplo, el ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico y ácido sebácico; y las derivadas de diaminas que contienen por ejemplo, de 2 a 10 átomos de carbono, como son la etilendiamina, tetrametilendiamina, hexametilendiamina, octametilendiamina, 1,4-di(metilamino)ciclohexano, como por ejemplo, nylon 66 o nylon 610, etc. o
5. también el nylon puede derivarse de un ácido omega-amino carboxílico como es el ácido omega-aminobutírico, ácido omega-aminopimélico, ácido omega-aminocaproico, etc., o las lactamas de los mismos. Así, se puede hacer la mezcla utilizando nylones 4, 5, 6, 7, 8 y 11.
10. La poliamida puede prepararse partiendo de una lactama que contenga de 4 a 11 átomos de carbono.

Es conveniente que las poliamidas tengan pesos moleculares del orden de 16.000 a 30.000.

- En una modalidad preferida el componente de nylon es un polímero resinoso de ácido epsilón-aminocaproico con un peso molecular medio del orden de 18.000 a 27.000. Esta gama de peso molecular corresponde a la viscosidad relativa determinada en ácido sulfúrico al 98 % a 25°C de 2,5 a 3,2. Se llega a esta determinación partiendo de una solución de 1 gramo del polímero en 100 ml del ácido. Existen disponibles en el mercado composiciones resinosas apropiadas de este carácter con las marcas registradas de Nylon-6 y Nylon-7.
- 20.
- 25.

30. Aunque las características de viscosidad de



cada una de estas resinas podría expresarse en términos similares, la práctica corriente comercial es identificar las resinas de poliéster en términos de su viscosidad intrínseca y las resinas de nylon en términos de su viscosidad relativa.

5.

La producción de una mezcla satisfactoria de estas resinas implica un procedimiento cuidadoso. En primer lugar, es conveniente evitar la interacción fortuita entre los componentes de la resina de las mezclas de este invento. Los compuestos de este invento son mezclas de resinas formadas en condiciones en que se mantienen dos fases separadas y se minimiza además en lo posible la interacción de una sustancia polimérica con la otra. Aunque la interacción química puede ser controlada por medios físicos, otro medio de reducir al mínimo dicha interacción química entre los polímeros es utilizar polímeros bloqueados o parcialmente bloqueados en el extremo. Ambas resinas tienen normalmente grupos terminales presentes en los reactivos de los que las resinas están formadas, v.g. -OH, -COOH, y NH_2 . La detención o bloqueo de los extremos reactivos mediante reacciones con alcoholes monofuncionales, ácidos, aminas o similares ayudarán a reducir al mínimo la interacción indeseada.

10.

15.

20.

25.

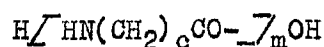
En el caso de los nylones, los materiales comerciales contienen normalmente un cierto bloqueo final, derivándose los grupos terminales de butil amonio acetato, ácido acético, ácido adípico, ácido sebácico o butil amina.



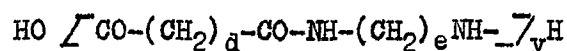
básico y una diamina y tanto la lactama cíclica como el producto de la reacción pueden hacerse reaccionar con un alquilendiamina para formar una poliamida con más de un 50 % de grupos finales amino. La poliamida se elige de la clase que consiste en:

5.

(2) una polilactama que tiene la fórmula:



(3) un producto de la reacción de un ácido dibásico alifático y una diamina alifática que tiene la fórmula:

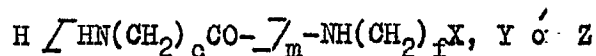


10.

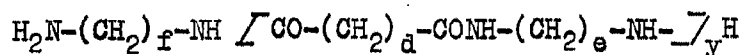
o

(4) un producto de la reacción de cualquiera de los compuestos anteriores con un alquilendiamina, alquilamina, arilamina, ácidos carboxílicos, alquil o aril, mono- o di-funcionales representados por la fórmula:

15.



y



En las fórmulas anteriores -

"aril" indica un radical aromático divalente, que, de preferencia es simétrico.

20.

a, b, d, e y f son cada uno números bajos del orden de 2 a 10 y cuando tienen lugar en cualquiera

22 OCT. 1964

de las fórmulas, pueden ser iguales o diferentes;

o es 3 a 10;

m es 10 a 500, y preferiblemente 80 a 200 para cordón de neumáticos;

5. x es 10 a 250, y preferiblemente 25 a 100 para cordón de neumáticos;

y es 10 a 300, y preferiblemente 200 a 125 para cordón de neumáticos.

10. El peso molecular de los reactivos debería, convenientemente, hallarse dentro de los límites de formación de fibra, v.g., al menos de aproximadamente 10.000, aunque este punto no es de importancia vital puesto que constituye solamente una proporción relativamente pequeña de la mezcla general.

15. El poliéster se deriva de un ácido aril dicarboxílico o los diésteres del mismo bajos en átomos de carbono. En la producción del poliéster, el ácido reacciona con un diol como es el etilenglicol, butano diol-1,4, propano diol-1,3, etc. El diol puede comprender hasta 8 o más átomos de carbono. El poliéster debe tener un punto de fusión de por lo menos 200°C y, preferiblemente superior, como por ejemplo, 225°C o 250°C o, tanto como 275°C o aún mayor.

20. En las fibras para cordón de neumáticos se necesita un poliéster con un punto de fusión de 200°C por lo menos y suele ser un tereftalato. Los ácidos aril dicarboxílicos son de preferencia simétricos aunque este punto no es totalmente necesario a no ser cuando se empleen en tejidos para neumáticos y comprenden, por ejemplo, ácido tereftálico, ácido isoftáli-

25.

30.

22 OCT 1965

- co, ácido simétrico difenil dicarboxílico, ácido difenil metano carboxílico (preferiblemente el 4,4'-isómero), ácido difenil sulfona dicarboxílico (preferiblemente el 4,4'-isómero), difenil-1, ácido 2-etano dicarboxílico, los ácidos naftoico y antraceno dicarboxílicos y las mezclas de estos ácidos. Los ácidos contienen de 8 a 16 o más átomos de carbono. Los poliésteres comprenden, por ejemplo, polietileno tereftalato, politetrametileno tereftalato, copolímeros de etilenglicol con ácidos tereftálicos, etc.

El poliéster y poliamida pueden hacerse reaccionar convenientemente en proporciones de 3:1 a 1:3 aunque estas proporciones no tienen una importancia vital en particular.

- En la preparación de los productos de la reacción, se puede usar cualquier aparato apropiado para realizar la mezcla del fundido. Resulta conveniente llevar a cabo la reacción en condiciones reguladas en una extrusionadora en la que el tiempo de permanencia sea relativamente largo. El grado alcanzado por la reacción queda determinado por el tiempo y la temperatura empleados en la reacción. Hablando en términos generales resultan adecuados los tiempos de 15 minutos a temperaturas superiores a 293°C, v.g., 301,6°C. No obstante, según se hará evidente a los expertos en la materia los tiempos más largos de permanencia a temperaturas inferiores o los tiempos más cortos a temperaturas superiores darán por resultado el mismo tipo de producto. La única exigencia radica en el hecho de que la reacción ha de realizarse en

22 OCT 1968



- estado fundido durante un período de tiempo lo suficientemente largo para que se produzca una cantidad sensible de interacción. Resulta obvio el que las temperaturas habrán de hallarse por debajo de las temperaturas de descomposición de las resinas. Se pueden emplear diversas técnicas para medir el grado de la reacción. Por ejemplo, se sabe que el Nylón-6 es soluble en una mezcla al 60/40 de ciclohexano/meta-cresol y que el poli(etileno tereftalato) es insoluble en este sistema. Por consiguiente, el tratamiento del producto de la reacción con esta mezcla disolvente lo separa particularmente en componentes que son en general poliéster (insoluble) y Nylón-6 (soluble). Al examinar muchos de estos productos de reacción, se hace evidente que la reacción produce la solubilización de algo del poliéster y la insolubilización del algo del nylon. Así, el tratamiento de estos productos de la reacción con la mezcla disolvente al 60/40 nos da una medida de la cantidad de reacción. Esta medida deberá indicar una reacción del poliéster hasta un grado de un 15 % por lo menos con la poliamida y, preferiblemente, de un 25 %.

- La cantidad de aditivo necesario para el tratamiento de la mezcla dependerá del grado de la reacción y de la composición de la mezcla total. Se comprenderá que el "aditivo" en esta memoria es el total de la masa que contiene producto de la reacción puesto que no se realiza esfuerzo alguno para aislar el producto de la reacción per se. Hablando en términos generales, las composiciones comprendidas en el medio



- de la gama citada, por ejemplo, de 35 a 50 partes de poliéster necesitarán más materiales reaccionados y/o más materiales reaccionados totalmente para conseguir una hilatura satisfactoria. Naturalmente, es evidente que la reacción ocurre entre la poliamida y el poliéster en la mezcla a una velocidad que depende del tiempo y temperatura del sistema. Es conveniente que, para que las propiedades físicas de dichas mezclas sean óptimas, haya una cantidad mínima de dicha interacción en la masa de la mezcla. Cuanta más poliamida y más poliéster haya libres en la mezcla, tanto mejor resultará el producto hilado. La masa del producto de la reacción, en total, es simplemente un cambio de adición para permitir la facilidad de hilatura de la mezcla de estos dos materiales.
- 5.
- 10.
- 15.

PREPARACION DE MEZCLAS

- Para producir las mezclas de las dos resinas con el aditivo descrito anteriormente se ha hallado conveniente emplear un tipo corriente de extrusora de husillo. Los materiales se mezclan tan rápidamente como sea posible y a una temperatura lo más baja posible pero aún así, por encima del punto o temperatura de fusión de ambos componentes. No se aña de disolvente. Es difícil indicar unas temperaturas para la realización de la mezcladura porque con resinas de diferentes viscosidades varían las temperaturas de fusión y en el mejor de los casos se definirían deficientemente. No obstante, la temperatura de mezcladura será la temperatura mínima por encima del punto de fusión de la resina de más elevada tempera-
- 20.
- 25.
- 30.



- tura de fusión en la que se obtenga la dispersión deseada en el período de tiempo más corto posible. La extrusionadora produce un compuesto en tira que después se corta o desmenuza en pedacitos, recortes o virutas, se secan y después se hila por una hilera del tipo empleado normalmente para hilar resinas de nylon o poli(etileno tereftalato). Se puede usar cualquier aparato mezclador que produzca una buena mezcla en un tiempo mínimo de permanencia y una temperatura mínima.
- 5.
- 10.

Para preparar una mezcla satisfactoria con un material de una poliamida dada y un poliéster dado, existen diversas consideraciones de importancia que hay que tener en cuenta.

- 15.
- Primero, los materiales que se han de mezclar deberán estar totalmente secos con un contenido de humedad inferior al 0,05 % en peso aproximadamente. Los contenidos de humedad en exceso a esa cantidad tienden a degradar los polímeros. Para obtener los mejores resultados es preferible que el contenido de humedad se halle por debajo del 0,02 %.
- 20.

- Asimismo se ha averiguado que para obtener una hilatura satisfactoria el contenido de humedad de la mezcla en el momento de la hilatura deberá ser inferior al 0,02 %.
- 25.

- La siguiente consideración de importancia en la hilatura de estas mezclas es el tiempo de parada, o tiempo de permanencia, durante cuyo período se halla la mezcla en estado fundido. Como, según se ha indicado anteriormente, estas resinas son mutuamente
- 30.

22 OCT. 1966



- reactivas, se deberán mantener unas condiciones que favorezcan la interacción de los polímeros durante el período de tiempo más corto posible. La velocidad de la interacción se halla en función al tiempo y temperatura. Para conseguir el fin de reducir al mínimo la interacción se pueden incorporar antioxidantes, agentes de detención de cadenas y estabilizadores de cobre junto con la mezcla. Una escala conveniente de temperaturas dentro de la que se puede efectuar la mezcla es de 249 a 282°C. Un Nylón-6 disponible en mercado, poli(epsilon-caprolactama), tiene un punto de fusión del orden de 215 a 220°C y se hila normalmente a una temperatura de 246°C, a 282°C. Un poli(etileno tereftalato) apropiado, disponible en mercado, tiene un punto de fusión del orden de 240°C a 282°C. Con fines de hilatura, la temperatura del componente de punto de fusión más bajo en la mezcla determina la temperatura de hilatura, así, en una mezcla 30/70 de las resinas anteriormente citadas, la temperatura de hilatura sería la del nylón-6, v.g., 246°C a 282°C.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.

- Hablando en términos generales con respecto a la hilatura, se aplican técnicas tradicionales a las composiciones del presente invento y por consiguiente, las condiciones en las que se basa la hilatura de uno u otro de los componentes son las condiciones que se han de usar para la hilatura de la mezcla.
- 25.

- Con fines de hilatura, el contenido de humedad de la mezcla es de desear que sea inferior al 0,02 % y preferiblemente, inferior al 0,01 % en peso. Después que el producto se ha mezclado y el producto en hebras
- 30.

22 OCT. 1966

o tiras se ha cortado en trocitos y los trocitos se han desecado por cualquier medio apropiado como puede ser desecación al vacío a una temperatura de 80°C a $126,6^{\circ}\text{C}$ se puede pasar nitrógeno gaseoso caliente por el producto cortado en trocitos. El producto puede recoger humedad al exponerlo a la atmósfera y al cabo de dos horas a temperatura ambiente el contenido puede aumentar de un mínimo de 0,01 % a un 0,1 %.

Llegado este punto conviene ilustrar adicionalmente el invento poniendo ejemplos específicos de composiciones y métodos de elaboración de dichas composiciones, debiéndose entender que estos ejemplos sirven solamente de ilustración y de acuerdo con sus enseñanzas, los expertos en la materia podrán idear ejemplos adicionales de los dos componentes resinosos empleados para componer las mezclas.

PREPARACION DE UNA POLIAMIDA

Se preparó poli(epsilón-caprolactama) haciendo reaccionar 100 partes de caprolactama y 1,20 partes de hexametildiamina acuosa al 50% durante 16 horas a $124,4^{\circ}\text{C}$ en un recipiente cerrado. Los polímeros resultantes se molieron en un molino Wiley, se lavaron con agua desmineralizada durante 16 horas a 70°C y se desecaron durante 16 horas a 80°C en una secadora al vacío. La producción total de polímero fue del 90 %. La viscosidad relativa del nylon determinada en una solución del 1 % en volumen en ácido sulfúrico concentrado fue de 2,01, indicando un peso molecular de aproximadamente 12.500.



PREPARACION DE UN POLIESTER

- Se preparó un poliéster haciendo reaccionar 194 partes de dimetil tereftalato, 124 partes de etilenglicol, 0,06 partes de trióxido de antimonio y 0,10 parte de acetato de manganeso. La reacción se llevó a cabo en un matraz de tres cuellos con agitador mecánico, un tubo de admisión de nitrógeno y un condensador de toma. Se calentó la mezcla de reacción por medio de una camisa calentadora Glascol a 156°C en cuyo momento el metanol formado comenzó a destilar. Se elevó la temperatura de la reacción a 249°C durante un período de tres horas habiendo desaparecido todo el metanol en ese momento. Se practicó lentamente un vacío de 1-2 mm elevando la temperatura a un máximo de 280°C. Se dejó continuar la reacción durante 5 horas bajo vacío a 1-2 mm para obtener un poliéster con una viscosidad intrínseca de 0,70 medida a 25°C en una solución 50/50 de fenol y tetracloroetano.

PREPARACION DEL PRODUCTO DE LA REACCION

- Como ejemplo general representativo, se mezclaron 70 partes en peso de un poli(epsilón-caprolactama), v.g., Nylón-6, con una viscosidad relativa de 2,0 a 3,0, v.g., 2,7 y 30 partes en peso de poli(etileno tereftalato) que tenía una viscosidad intrínseca de 0,3 a 1,2, v.g., 0,7, haciendo pasar los trocitos desecados por una extruidora de 25,4 mm a una velocidad de 4,53 kgs por hora y a una temperatura de 287,7°C. Las tiras resultantes se cortaron en virutas con una cortadora apropiada y se desecaron al vacío de menos de 0,5 mm a una temperatura de 81,6 a 121,1°C, v.g.,



93,3°C.

Las virutas de la mezcla se alimentaron en una extruidora de 38,1 mm equipada con una cabeza de hilera y bomba de hilar. La temperatura del material de elaboración era de 296,1°C y el tiempo de reacción a esta temperatura fué de 30 minutos. La masa del producto de la reacción se extruyó en tortas planas que al enfriarse formaron una masa sólida. Entonces se cortó en trozos esta masa del producto de la reacción y se molieron en un molino apropiado a un tamaño de 20 mallas o más fino. El tamaño o medida de malla no es de vital importancia, sino conveniente. Este material se encuentra entonces dispuesto para ser empleado como agente de adición en la composición de una mezcla susceptible de hilatura de una poliamida con un poliéster, según se ha descrito anteriormente.

En la Tabla I se exponen ejemplos adicionales. Se deberá entender que la preparación del producto de la reacción no queda en modo alguna restringida al equipo particular empleado para su preparación o tratamiento.

La preparación de los productos de reacción de los dos tipos de resinas es una función de tiempo y temperatura. Por ejemplo, poniendo en contacto poli (epsilon caprolactama) (Nylón-6) y poli (etileno tereftalato) en estado fundido a una temperatura de unos 249°C se obtendrá el mismo resultado en un período más largo de tiempo que calentando a 265°C o 270°C o 290°C para un período de tiempo correspondientemente más corto.



22 OCT. 1955

La técnica seguida de extracción para la determinación de solubles de ciclohexano/m-cresol, es la siguiente:

5. Se pesan 2,00 [±] 0,05 gms del producto de la reacción y se dejan disolver hasta el día siguiente, con agitación, en 200 ml de una solución 75/25 de ciclohexano/m-cresol. Se puede usar un grado práctico de m-cresol con destilación o grado de reactivo sin destilación. Se centrifuga hasta la capa superior sea
10. totalmente transparente. Se quita la capa superior mediante decantación de vacío. Esta capa contendrá poliámidas y algo de poliéster y deberá conservarse para su evaluación o para combinarla con capas subsiguientes.
15. Se añade al residuo 200 ml de una solución 60/40 de ciclohexano/m-cresol, se agita durante 4 horas por lo menos y se centrifuga hasta que la capa superior es completamente transparente. Se elimina la capa superior mediante decantación de vacío. Esta capa contendrá una cantidad muy pequeña de poliámidas y poliéster y se deberá conservar para su evaluación o para combinarla con la capa anterior.
20. Se realiza una última extracción con una solución 60/40 de ciclohexano/m-cresol según se ha descrito. Se deberá separar la capa superior del residuo con la mayor limpieza posible. La capa superior puede tirarse o combinarse según se desee.
25. Se lava el residuo en varios volúmenes de etil éter, se filtra y se lava varias veces (al menos 10)
30. con etil éter y se seca en un horno a 70°C. Es conve-



22 OCT. 1966

niente realizar la filtración empleando un embudo de disco de cristal fritado tarado. El peso exacto del filtrado se determina a dos decimales.

5. La viscosidad intrínseca del poli(alquilenaril dicarboxilato) se determinó como una solución al 0,5% en volúmen en una solución 50:50 de fenol:tetracloroetano.

10. Las viscosidades relativas de la poliamida según se exponen en la memoria se determinaron como una solución al 1% en volúmen en ácido sulfúrico concentrado.

TABLA I

PREPARACION DEL PRODUCTO DE LA REACCION

% de poli(epsilon-caprolactama)

% de polietileno tereftalato

Poliamida, viscosidad relativa

Polietileno tereftalato, viscosidad intrínseca

Preparación en la extruidora

Temperatura del material, °C

Tiempo de reacción, minutos

Producto de la reacción, viscosidad intrínseca

% insoluble en ciclohexano/m-cresol 60/40

% de poliamida en la fracción insoluble.

PREPARACION DE MEZCLAS

15. Los siguientes ejemplos ilustran la preparación de mezclas de la poliamida con el poliéster, añadiendo y sin añadir un copolímero del tipo ilustrado anteriormente. Los expertos en la materia comprenderán que estos ejemplos son simplemente ilustrativos y que por estos ejemplos, se harán fácilmente evidentes muchos otros.



EJEMPLO 1

5. Se mezcló poli(epsilón caprolactama), 65 partes, viscosidad relativa = 2,75 y poli(etileno tereftalato), 35 partes, viscosidad intrínseca = 0,7 haciendo pasar la mezcla por una extruidora de 25,4 mm de la National Rubber Machinery (NRM) Company. Esta mezcla se desecó totalmente y se hiló a una temperatura de 271°C empleando las técnicas tradicionales en hilado 4800/90. La uniformidad, determinada con los 5 filamentos mayores y los 5 menores, fué de 7,18; es de desearse obtener una uniformidad de 2,0.

El hilado no pudo estirarse empleando técnicas tradicionales sin tener que sufrir un gran número de roturas de filamentos.

15.

EJEMPLO 2

20. Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 65 partes, viscosidad relativa = 2,75, poli(etileno tereftalato), 35 partes, viscosidad intrínseca = 0,70 y 10 partes del producto de la reacción A, Tabla I, en una extrusora NRM de 25,4 mm. Se desecó totalmente la mezcla y se hiló a temperaturas del material de 260 - 268,3°C empleando técnicas tradicionales para formar un hilado 4360/90. La uniformidad por término medio de los cinco filamentos mayores y los cinco menores es de 3,1-3,2.

25.

El hilado se pudo estirar mediante técnicas tradicionales pero todavía resultaba un problema la rotura de filamentos.

EJEMPLO 3

30. Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 65 partes, viscosidad relativa = 2,75, poli(etileno tereftalato),



35 partes, viscosidad intrínseca = 0,70 y 10 partes del producto de reacción B, Tabla I, en una extrusionadora NRM de 25,4 mm. Se desecó totalmente la mezcla y se hiló a temperaturas de 265,5 a 287,7°C empleando técnicas tradicionales para obtener un hilado 4360/90. El término medio de uniformidad de los cinco filamentos mayores y los cinco menores fué inferior a 2,0 y en la mayoría de los casos inferior a 1,5.

El hilado se pudo estirar con facilidad por técnicas tradicionales dando tenacidades superiores a 8,0 gramos/denier sin rotura de filamentos.

EJEMPLO 4

Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 60 partes, viscosidad relativa = 2,75 y poli(etileno tereftalato), 40 partes, viscosidad intrínseca = 0,70, en una extrusionadora NRM de 25,4 mm. Se desecó totalmente la mezcla y se hiló a temperaturas del material de 243,4 a 287,7°C mediante técnicas tradicionales para obtener un hilado 4360/90. El hilado no se pudo recoger a temperaturas de hilatura superiores a 248,8°C. A temperaturas de hilatura del orden de 243,4 a 248,8°C el hilado no se pudo estirar a una tenacidad superior a 4,0 gramos/denier sin una pluralidad de filamentos rotos.

EJEMPLO 5

Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 60 partes, viscosidad relativa = 2,75, poli(etileno tereftalato), 40 partes, viscosidad intrínseca = 0,70 y producto de la reacción B, Tabla I, 10 partes, en una extrusionadora NRM de 25,4 mm. Se desecó totalmente la mezcla y se hiló empleando técnicas tradicionales a un hilado 4360/



22 OCT. 1944

5. /90. El polímero se hiló bien dentro de una escala de temperaturas de hilatura de 243,4 a 287,7°C. Las uniformidades fueron de 1,3 a 2,0 y el hilado obtenido a temperaturas del material de 265,5 a 287,7°C podía estirarse fácilmente con tenacidades superiores a 8,0 gramos/denier.

EJEMPLO 6

10. Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 60 partes, viscosidad relativa = 2,75, poli(etileno tereftalato), 40 partes, viscosidad intrínseca = 0,83 y producto de la reacción D, Tabla 1, en una extrusionadora NRM de 25,4 mm. Se secó totalmente la mezcla del polímero y se hiló mediante técnicas tradicionales en un hilado 4360/90. Las uniformidades fueron de 1,5 - 2,0 dentro de una escala de temperaturas de hilatura de 265,5 a 287,7°C, con una excelente capacidad de estiraje. Se obtuvieron tenacidades de 8,0 gramos/denier y mayores.

EJEMPLO 7

20. Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 60 partes, viscosidad relativa = 2,75, poli(etileno tereftalato), 40 partes, viscosidad intrínseca = 0,87 y producto de la reacción C, Tabla 1, 5 partes, en una extrusionadora NRM de 25,4 mm. Se desecó totalmente el polímero y se hiló por técnicas tradicionales en un hilado 4360/90. La uniformidad a temperatura de hilatura de 271°C era inferior a 2,0 y la tenacidad fué de 7,0 - 8,0 gramos/denier.

EJEMPLO 8

30. Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 50 partes, viscosidad relativa = 2,75, poli(etileno tereftalato),



5. 50 partes, viscosidad intrínseca = 0,76, en una extrusionadora NRM de 25,4 mm. Se desecó totalmente la mezcla del polímero y se intentó elaborar un hilado 4360/90. A temperaturas de hilatura de 260 a 287,7°C no se pudo recoger un hilado con una uniformidad inferior a 10,0.

EJEMPLO 9

10. Se mezcló poli(epsilón-caprolactama), 50 partes, viscosidad relativa = 2,75, poli(etileno tereftalato), 50 partes, viscosidad intrínseca = 0,76 y producto de la reacción E, Tabla I, 10 partes, en una extrusionadora NRM de 25,4 mm. Se desecó totalmente la mezcla del polímero y se hiló en hilado 3450/90. La uniformidad a temperatura de hilatura de 271,1°C
15. fué de 1,4 a 1,5. El hilado estiró bien y tenía una tenacidad entre 7,5 - 8,5 gramos/denier.

20. Según se indicó anteriormente, se pueden emplear muchos dispositivos para aumentar el tiempo de permanencia de las resinas a temperaturas por encima de sus puntos de fusión respectivos, como por ejemplo, usando inhibidores de reacción, v.g., antioxidantes, y ciertos compuestos de cobre, que tienden a evitar o inhibir la interacción de las resinas. Se debe elaborar la mezcla con el fin de conseguir un grado satisfactorio de mezcladura íntima de las fases y el tiempo de exposición a la operación de mezcladura se determina
25. por la eficacia de la máquina en conseguir la dispersión y la resistencia de la mezcla a la interacción en la que la fase dispersa tiene un tamaño de partícula determinado visualmente con la ayuda de un microscopio.
- 30.



copio de fase.

- Si se emplea una operación de mezcladura previa, se enfría la mezcla de resina a temperaturas normales, v.g., temperatura ambiente, donde parece estabilizarse indefinidamente. Aún a temperaturas a las que se ven sometidos los neumáticos normalmente no se aprecia un deterioro aparente de la mezcla de la resina. Igualmente, después de la hilatura, los filamentos resultantes que salen de la extruidora se enfrían y estiran después con el fin de orientar sus moléculas y desarrollar sus propiedades máximas.
- 5.
- 10.

TABLA II

EJEMPLOS ILUSTRATIVOS DE COMPONENTES
DE MEZCLA

Poliésteres:

- (1) Poli(propileno tereftalato)
- (2) Poli(tetrametileno tereftalato)
- (3) Poli(hexametileno tereftalato)
- (4) Poli(octametileno tereftalato)
- (5) Poli(decametileno tereftalato)
- (6) Poli(dodecametileno tereftalato)
- (7) Poli(etileno difenil dicarboxilato)
- (8) Poli(trimetileno difenil -4, 4'-dicarboxilato)
- (9) Poli(etileno difenil-1,2-etano dicarboxilato)
- (10) Poli(etileno tereftalato)
- (11) Un poliéster de dimetilol ciclohexano y ácido tereftálico.



- (12) Poli(hexametileno adipamida)
- (13) Poli(enantolactama)
- (14) Poli(ácido omega-aminobutírico)
- (15) Poli(ácido omega-aminopimélico)
- (16) Poli(ácido omega-aminocaproico)
- (17) Poli(ácido omega-aminoundecilénico)

TABLA III
EJEMPLOS ILUSTRATIVOS ADICIONALES DE
PRODUCTO DE LA REACCION

Ejemplo	<u>Componente de Poliéster</u>		<u>Componente de Poliamida</u>	
	<u>Partes en peso</u>	<u>Tabla II Nº</u>	<u>Partes en peso</u>	<u>Tabla II Nº</u>
(18)	30	(1)	70	(12)
(19)	30	(1)	70	(13)
(20)	30	(2)	70	(12)
(21)	30	(2)	70	(13)
(22)	30	(3)	70	(12)
(23)	30	(3)	70	(13)
(24)	30	(4)	70	(12)
(25)	30	(4)	70	(13)
(26)	30	(5)	70	(12)
(27)	30	(5)	70	(13)
(28)	30	(6)	70	(12)
(29)	30	(6)	70	(13)
(30)	30	(7)	70	(12)
(31)	30	(7)	70	(13)
(32)	30	(8)	70	(12)
(33)	30	(8)	70	(13)
(34)	30	(9)	70	(12)



Ejemplo	<u>Componente de Poliéster</u>			<u>Componente de Poliamida</u>		
	<u>Nº</u>	<u>Partes en peso</u>	<u>Tabla II Nº</u>	<u>Partes en peso</u>	<u>Tabla II Nº</u>	<u>Nº</u>
(35)	30	(10)	70	(12)		
(36)	40	(10)	60	(12)		
(37)	50	(10)	50	(12)		
(38)	25	(10)	75	(13)		
(39)	30	(10)	70	(13)		
(40)	35	(10)	65	(13)		
(41)	40	(10)	60	(13)		
(42)	50	(10)	50	(13)		
(43)	30	(11)	70	(12)		
(44)	50	(11)	50	(12)		
(45)	35	(11)	65	(13)		
(46)	50	(11)	50	(13)		
(47)	30	(10)	70	(14)		
(48)	30	(10)	70	(15)		
(49)	30	(10)	70	(16)		
(50)	30	(10)	70	(17)		
(51)	30	(11)	70	(14)		
(52)	30	(11)	70	(16)		



TABLA IV

EJEMPLOS ADICIONALES ILUSTRATIVOS DE MEZCLAS INCLUYENDO
ADITIVOS DE PRODUCTO DE REACCION

Ejemplo Nº	Componente de Poliéster	Tabla II Nº	Componente de Poliamida	Tabla II Nº	Aditivo	
	Partes en peso		Partes en peso		Partes en peso	Tabla III Nº
(1)	75	(13)	25	(10)	5	(38)
(2)	75	(13)	25	(10)	5	(39)
(3)	70	(13)	30	(10)	5	(39)
(4)	70	(13)	30	(10)	10	(39)
(5)	63	(13)	35	(10)	10	(39)
(6)	65	(13)	35	(10)	10	(40)
(7)	60	(13)	40	(10)	10	(41)
(8)	50	(13)	50	(10)	10	(42)
(9)	40	(13)	60	(10)	10	(42)
(10)	75	(12)	25	(10)	10	(35)
(11)	70	(12)	30	(10)	10	(35)
(12)	65	(12)	35	(10)	10	(35)
(13)	60	(12)	40	(10)	10	(36)
(14)	50	(12)	50	(10)	10	(37)
(15)	70	(14)	30	(10)	10	(47)
(16)	70	(14)	30	(10)	10	(39)
(17)	70	(16)	30	(10)	10	(49)
(18)	70	(16)	30	(10)	10	(39)
(19)	70	(16)	30	(10)	10	(35)
(20)	70	(17)	30	(10)	10	(50)
(21)	70	(12)	30	(1)	10	(18)



Ejemplo Nº	Componente de Poliéster		Componente de Poliamida		Aditivo	
	Partes en peso	Tabla II Nº	Partes en peso	Tabla II Nº	Partes en peso	Tabla III Nº
(22)	70	(13)	30	(1)	10	(19)
(23)	70	(12)	30	(2)	10	(20)
(24)	70	(13)	30	(2)	10	(21)
(25)	70	(12)	30	(3)	10	(22)
(26)	70	(13)	30	(3)	10	(23)
(27)	70	(12)	30	(4)	10	(24)
(28)	70	(13)	30	(4)	10	(25)
(29)	70	(12)	30	(5)	10	(26)
(30)	70	(13)	30	(5)	10	(27)
(31)	70	(12)	30	(6)	10	(28)
(32)	70	(13)	30	(6)	10	(29)
(33)	70	(12)	30	(7)	10	(30)
(34)	70	(13)	30	(7)	10	(31)
(35)	70	(12)	30	(8)	10	(32)
(36)	70	(13)	30	(8)	10	(33)
(37)	70	(12)	30	(9)	10	(34)
(38)	70	(13)	30	(9)	10	(35)
(39)	70	(13)	30	(10)	10	(35)
(40)	70	(12)	30	(10)	10	(39)
(41)	70	(13)	30	(10)	10	(49)

Hablando en general, la incorporación de productos de la reacción de poliamida/poliéster (v.g., que tengan viscosidades intrínsecas del orden de 0,2 a 0,8) ha permitido la hilatura de mezclas de poliésteres



5. y poliamidas en las que la concentración del poliéster es sensiblemente mayor de lo que hasta ahora ha sido permisible en una mezcla para hilatura. Por ejemplo, las concentraciones de poliéster por encima de 25 partes por cada 100 partes de mezcla, v.g., 35, 40 y hasta 65 partes de poliéster por cada 100 partes de mezcla se han podido hilar mediante la inclusión de los productos de reacción de las mismas. Los hilados han resultado con una buena uniformidad dentro de una amplia gama de temperaturas de hilatura, produciendo hilados con tenacidades óptimas superiores a 8,0 gramos por denier.

10. Las resinas de poliéster y poliamida se suelen mezclar para formar una dispersión en presencia del aditivo. La mezcladura e inclusión del aditivo pueden hacerse en el aparato de hilar o en otro aparato por separado, v.g., una extrusionadora, antes de introducirse en el aparato de hilar. Se consigue una mezcladura suficiente en una extruidora simple o doble para obtener tamaños de partícula de la fase dispersa del poliéster menores a 5 micras y preferiblemente del orden de 2 a 3 micras.

15. Es conveniente que los componentes de las mezclas tengan pesos moleculares, según indica su viscosidad intrínseca, de una gama más amplia que los pesos moleculares de los productos de la reacción. Es conveniente emplear pesos moleculares medios mayores para los componentes resinosos individuales de la mezcla. Cuando se emplea un producto de la reacción de peso molecular menor, v.g., uno que tenga una viscosidad intrínseca menor, se ha averiguado que se pueden usar

20.

25.

30.



cantidades menores, o sea en el extremo inferior de la escala de concentraciones del producto de la reacción en la mezcla, obteniéndose resultados superiores en la hilatura. Los productos de reacción de peso molecular superior necesitan concentraciones cercanas al extremo superior de la escala de concentración en la mezcla. Cuando se usa una extrusionadora de 38,1 mm en la preparación de copolímeros de bloque, los tiempos más largos de permanencia y temperatura superiores del material rinden productos de la reacción de peso molecular menor.

La adición de los productos de la reacción de peso molecular medio inferior a un nivel de 5 a 10 partes por cada 100 partes de mezcla, parece que se reduce la estabilidad de viscosidad de las mezclas elaboradas mediante extrusionadora. A pesar de que los productos de la reacción de pesos moleculares altos no mejoran sensiblemente las características de hilatura de las mezclas resinosas producidas en extrusionadora en la gama inferior de concentración, v.g., 5 a 10 partes por cada 100 partes de mezcla, las cantidades mayores mejoran esas características de las mezclas producidas en extrusionadora. Mediante la aplicación de los principios del presente invento, las composiciones, v.g., aquellas mezclas que contienen más de 30 partes de poliéster y que resultan difíciles de hilar en ausencia de los productos de la reacción aditivos, pueden hacerse susceptibles de ser hiladas en concentraciones de poliéster de hasta 65 partes por cada 100 partes de mezcla. Se consiguen mezclas útiles aún en



un grado de tan solo 25 partes de poliéster por cada 100 partes de mezcla.

- Con respecto al grado de reacción, éste se halla en función a la temperatura y tiempo de retención o tiempo de permanencia, en la extrusionadora. Por ejemplo, usando una mezcla de 70 partes de poli(epsilón-caprolactama), viscosidad relativa = 2,78 y 30 partes de poli(etileno tereftalato), viscosidad intrínseca = 0,78 a 296, 1°C, en una extrusionadora de 38,1 mm, 5. fué necesario retener los materiales reactivos durante unos 29 minutos. Con los mismos materiales y la misma concentración, en el mismo aparato, a una temperatura de 304,4°C, 14 minutos resultaron adecuados. El tiempo de retención o permanencia en la extrusionadora se 10. ajusta por medio de una bomba que vacía la cabeza de la extrusionadora que, a su vez, se alimenta del cilindro de la extrusionadora. 15.

- Una de las ventajas de la inclusión de los productos de la reacción de este invento en las mezclas resinosas es que la escala de temperaturas de hilatura se hace más amplia al par que se mantiene una buena uniformidad de filamento. Se han obtenido elevadas proporciones de estiramiento con tenacidades comprendidas entre 4 y unos 9 gramos por denier. 20.

- También se ha averiguado que con mezclas que contenían 40 partes del poliéster por cada 100 partes de mezcla resinosa y aproximadamente 10 partes de un producto de la reacción de poliamida/poliéster con una proporción en peso diferente del poliéster con respecto a la poliamida, v.g., 1:1 y unas 0,5 parte 25. 30.



- por cada 100 partes de la mezcla resi. ... de una cera lubricante apropiada, bien natural o sintética, v.g., Acrawax C, una cera sintética, p.f. 137°C-139°C, densidad relativa 0,975, se consiguió una buena hilatura de una amplia gama de temperaturas, estiró bien y resultó de una tenacidad elevada. La viscosidad de la poliamida no disminuyó tanto en la hilatura como cuando se usó una menor concentración de poliéster en el copolímero. Así, es conveniente para preservar la estabilidad de la poliamida aumentar la proporción de poliéster en el copolímero, por ejemplo, formular el producto de la reacción de una mezcla de poliamida, poliéster de 30/70 o una mezcla de 20/80.
- 5.
- 10.

- A pesar de que para la mayoría de los fines es deseable y conveniente que los componentes poliméricos de los que se elabora el producto de la reacción sean los mismos que los componentes poliméricos de los que se hace la mezcla, en lo que se refiera a su naturaleza química, se deberá entender que queda comprendido dentro del alcance del invento que el poliéster del producto de la reacción pueda ser diferente al poliéster de la mezcla en naturaleza química y que la poliamida del producto de la reacción pueda ser diferente de la poliamida de la mezcla en naturaleza química, sin salirse por ello de dicho alcance del presente invento.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Asimismo, cuando los poliésteres del producto de la reacción y de la mezcla sean iguales químicamente, la poliamida del producto de la reacción y de la mezcla, respectivamente, pueden ser químicamente distinta.
- Igualmente, cuando las poliamidas del producto de la



reacción y de la mezcla sean químicamente iguales, el poliéster del producto de la reacción y de la mezcla, respectivamente, pueden ser químicamente diferentes. Esas variaciones pueden realizarse sin salirse del alcance del invento.

5.

Se pueden emplear otros modos de aplicación de los principios de este invento en lugar de los expuestos específicamente, realizándose los cambios en relación a los detalles descritos en esta memoria, suponiendo que se empleen los elementos expuestos en cualquiera de las reivindicaciones siguientes o un equivalente de los mismos.

10.

NOTA

15.

Descrita 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.

20.

También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Norteamérica, con fecha y número siguientes: 24 de octubre de 1965, nº 504,906, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención

25.

por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LAS CARACTERÍSTICAS DE HILATURA DE UNA MEZCLA RESINOSA"; caracterizándose por lo siguiente:

30.

1ª.- "Procedimiento para mejorar las características de hilatura de una mezcla resinosa", de un po-



- liéster en una poliamida, caracterizado porque comprende: Formar un producto de reacción de un poliéster que tiene un punto de fusión de 200°C por lo menos y una poliamida que tiene un punto de fusión de al menos
5. 175°C a una viscosidad intrínseca de 0,2 a 0,8 y en la que al menos un 15 % en peso del poliéster ha reaccionado con la citada poliamida e incluir de 0,5 a 20 partes en peso de dicho producto de reacción en cada 100 partes de una mezcla formada a partir de: 25 a 55 partes en peso de un poliéster que tiene un punto o temperatura de fusión de 200°C por lo menos y una viscosidad intrínseca del orden de 0,6 a 1,2 como una fase, y de 75 a 35 partes en peso de una poliamida en la que la unidad de polímero contiene de 6 a 21 átomos de carbono y tiene una viscosidad relativa determinada en H_2SO_4 al 98 % de 2,5 a 3,2 como la otra fase.
- 10.
- 15.
20. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el poliéster del producto de la reacción tiene la misma unidad de polímero que el poliéster de la mezcla.
25. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el poliéster es un poli(etileno tereftalato).
30. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la poliamida del producto de la reacción tienen la misma unidad de polímero que la poliamida de la mezcla.
35. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la poliamida es una poli(epsilón-caprolactama).



6ª.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la poliamida es una poli(enanto-lactama).

5. 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la poliamida del producto de la reacción es poli(hexametileno adipamida).

10. 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el producto de la reacción tiene un peso molecular medio menor que el peso molecular medio de los componentes resinosos individuales de la mezcla.

15. 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la viscosidad intrínseca del producto de la reacción es del orden de 0,3 a 0,6 y por lo menos un 25 % del poliéster ha reaccionado con la poliamida.

20. 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración del poliéster en la mezcla es superior a 30 partes en peso por cada 100 partes de la mezcla y la mezcla, en ausencia del producto de la reacción, no es normalmente hilable.

11ª.- "Procedimiento para mejorar las caracte-



rísticas de hilatura de una mezcla resinosa"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria .

5. Esta Memoria consta de 39 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

22 OCT. 1966

THE FIRESTONE TIRE & RUBBER COMPANY

A. GOMEZ ALBU Y MOD. F
Firmado: F. Hernández Rutz