

333852



PATENTE DE INVENCION

Case 30-J.

Memoria Descriptiva
sobre

"Procedimiento para preparar una dis-
persión resinosa hilable"

==.==.==.==.==.==.==

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

==.==.==.==.==.==.==

Esta invención se relaciona, con una nueva com-
posición de materia y con un artículo que la incluye, y
mas particularmente con una mezcla de materiales resino
sos mutuamente insolubles, uno de los cuales es una po-
liamida y el otro un poliester.

5.



Las composiciones de esta invención se caracterizan por valiosas propiedades que las hacen especialmente útiles como materiales a partir de los cuales pueden sacarse o hilarse filamentos o hilos mediante aparatos hiladores convencionales, con los cuales pueden formarse cordones o cuerdas que tienen particular utilidad en el reforzamiento de artículos de caucho, especialmente material de tela para uso en la fabricación de neumáticos.

La dificultad principal de los artículos de caucho reforzados con cuerdas de nylon ha consistido en la propiedad del nylon de "fluir en frío", que en el caso de neumáticos de caucho, tiene por resultado una situación no causante de daño, pero indeseable, conocida por "punto plano". Esto ocurre cuando los neumáticos de caucho reforzados con cuerdas de nylon, colocados en un automovil, se dejan en reposo durante un periodo de tiempo considerable. Se produce un "punto plano" sobre la superficie del neumático que ha estado en contacto con el pavimento. Hasta que los neumáticos han rodado durante un corto periodo de tiempo después de permanecer en reposo, el conductor aprecia un golpeteo indeseable, que pronto desaparece.

Incorporando poliésteres, particularmente poli(tereftalatos alquilénicos) en los que el grupo alquileno contiene de 2 a 4 átomos de carbono, por ejemplo poli(tereftalato etilénico), como fase dispersa de un tamaño de partícula extremadamente fino, en una poliamida, particularmente los poli(aminoácidos) o poli(lactamas), por ejemplo nylon-6 [poli(épsilon-caprolactama)] y poli(enantolactama), se reduce la indeseable propiedad del "fluir en frío" en el nylon hasta el punto en que resulta inaprecia



ble el "punto plano" en neumáticos de caucho reforzado con cuerdas. En consecuencia, los artículos de caucho reforzados con filamentos o cuerdas formados con las composiciones de la presente invención, muestran unas propiedades de "fluir en frío" enormemente reducidas.

5.

Para la consecución de los citados fines y otros relacionados, esta invención consiste por consiguiente en los medios que mas adelante se describen detalladamente y se indican particularmente en las adjuntas reivindicaciones, exponiendo la siguiente descripción y los dibujos adjuntos detalladamente ciertas versiones ilustrativas de la invención, constituyendo sin embargo tales medios descritos solo algunas de las diversas formas en que puede emplearse el principio de la invención.

10.

15.

Expuesta en líneas generales, la presente invención consiste en la provisión de una composición resinosa-hilable consistente esencialmente en una dispersión íntima del 25 al 40% en peso de un poli(dicarboxilato alquilonico) que tiene una viscosidad intrínseca del orden de 0,6 a 1,2, correspondiente a un peso molecular medio del orden de 16.000 a 30.000 como fase dispersa, en un poli(aminoácido) o poli(lactama) en el que el aminoácido o lactama monómeros contienen de 4 a 11 átomos de carbono, por ejemplo poli(épsilon-caprolactama) con una viscosidad relativa, determinada a 25°C en ácido sulfúrico al 98%, de 2,5 a 3,2, correspondiente a un peso molecular medio del orden de 18.000 a 27.000, como fase continua. En las versiones preferidas de esta invención, el tamaño medio de partícula de la fase dispersa es inferior a 5 micras aproximadamente. Asimismo, en ciertas versiones de la in-

20.

25.

30.

28 NOV 1954

- 4 -

vención los componentes resinosos, o cualquiera de ellos, están terminalmente bloqueados.

En los dibujos adjuntos:

5. La figura 1 es una vista en sección transversal de un neumático de caucho que incluye telas provistas de elementos reforzadores empotrados y formados con las composiciones de la presente invención; y

10. La figura 2 es una vista en perspectiva fragmentaria, ampliada y en sección, algo esquemática, que muestra una porción de una tela que incluye en forma orientada elementos reforzadores formados con la composición de la presente invención y provista de un revestimiento de composición aplicable por inmersión.

15. Con referencia ahora mas particularmente a la figura 1, se muestra en ella en sección transversal un neumático de caucho indicado en su conjunto en 1 y compuesto de un armazón de tejido cauchutado 2 que termina en sus bordes en dos talones inextensibles 3 y 4. La banda de rodamiento de caucho 5 está superpuesta y unida, 20. mediante vulcanización, a la porción 2 reforzada con cuerdas. Las paredes laterales de caucho 6 y 7 se extienden desde los bordes respectivos de la banda de rodamiento a lo largo del armazón de tejido 2 al que se unen, respectivamente, en los talones 3 y 4.

25. La figura 2 es una vista en sección transversal parcialmente esquemática y en perspectiva, que muestra una tela con la que puede formarse el armazón 2 de la figura 1 y que se indica en su conjunto en 8. La tela 8 se forma convenientemente cilindrando el material de caucho 30. deseado sobre y alrededor de los elementos reforzadores



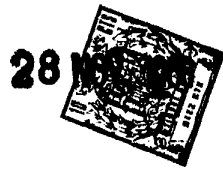
9. Los elementos reforzadores 9, como se muestra en la figura 2, están compuestos de cuerdas 10 de una formación tal como la conocida por 840/3. Este símbolo indica una cuerda formada con tres cordones de hilo de denier 840 de la presente invención, conjuntamente retorcidos. Para uso en el refuerzo de neumáticos convencionales para automóviles, es preferible una cuerda que tenga un denier de 2.520 aproximadamente. El denier de la cuerda puede variar entre 1600 y 6.000. Rodeando a cada una de las cuerdas 10 e ilustrado esquemáticamente, hay un revestimiento 11 formado sobre las cuerdas 10 mediante inmersión en una composición convencional para cuerda de nylon, seguido de la separación del exceso de dicha composición y secado de la cuerda por medios convencionales. Pueden emplearse condiciones tales de temperatura que favorezcan la formación de una resina infusible e insoluble a partir de los constitutivos resinosos reactivos incluidos en la composición aplicable por inmersión. Se comprenderá naturalmente que las cuerdas 10 quedan bien revestidas con la composición aplicable por inmersión y que el revestimiento de resina-elastómero penetra y se fija y adhiere mecánicamente a la cuerda. En la fabricación de neumáticos de caucho de acuerdo con esta invención, se usan procedimientos y aparatos convencionales.

Los elementos reforzadores del material de caucho formados con las composiciones de la presente invención pueden hallarse presentes en forma de cordones simples, una serie de cordones retorcidos entre sí o cordones formados por una serie de fibras en condición general

28 NOV 1966

- mente orientada y retorcidas con una o mas cordones para formar una cuerda. Asimismo, estos elementos reforzadores pueden formarse mediante una serie de cuerdas que a su vez han sido retorcidas conjuntamente para formar un material de cuerda compuesta, tal como el que se muestra en la figura 3 de la patente estadounidense nº 2.991.818. En ciertos casos, puede ser deseable incluir en las cuerdas diferentes materiales fibrosos, por ejemplo un diferente material fibroso sintético y/o materiales fibrosos de producción natural. Entre las fibras de producción natural que pueden emplearse en la formación de cuerdas compuestas, figuran el algodón, el cáñamo, la lana, el pelo animal, la seda, etc. El vidrio, amianto, nylon puro, poli (tereftalato etilénico) puro, alambre de acero, acetato de celulosa, rayon, etc., son ejemplos de fibras sintéticas adicionales que pueden emplearse.

- Como se indica anteriormente, las dispersiones resinosas de la presente invención son de un poliéster de tamaño de partícula muy pequeño, preferiblemente inferior a 5 micras, en una fase continua consistente en un poli (aminoácido) o poli (lactama). La cantidad de la fase dispersa varía entre el 25 y el 40 % en peso. Esta concentración es crítica, Por debajo de una concentración del 25% de la resina poliéster, el problema del "punto plano" o la inhibición del "fluir en frío" en el nylon no se observa en un grado satisfactorio. Por encima de una concentración del 40% del poliéster, se encuentran dificultades en el hilado. Así, las composiciones de la presente invención están limitadas con bastante pre



ción dentro del orden del 25 al 40% en peso de la dispersión poliéster en el 75 al 60% en peso de la poliamida.

- Para formar una composición resinosa hilable de acuerdo con esta invención, se emplean componentes resinosa hilables. Para los poliésteres, particularmente los poli(aril-dicarboxilatos alquilénicos), los polímeros que tienen un peso molecular medio de 16.000 a 30.000 son hilables. Dicho de otra manera, estos poliésteres tienen una viscosidad intrínseca del orden de 0,6 a 1,2, Los ácidos alquileno-dicarboxílicos preferidos contienen de 2 a 12 átomos de carbono en el grupo alquileno y son ácidos aril-dicarboxílicos alquileno-sustituídos. Los grupos alquilenos pueden ser de cadena ramificada o recta. Estos materiales son comercialmente obtenibles, siendo el poliéster más útil el poli(tereftalato etilénico) que tiene una viscosidad intrínseca incluida dentro de los valores antes mencionados. Otros poli(aril-dicarboxilatos alquilénicos) útiles que tienen un peso molecular medio del valor antes citado y una viscosidad intrínseca del orden de 0,6 a 1,2, incluyen al poli(isoftalato etilénico); poli(tereftalato propilénico); poli(isoftalato butilénico); poli(tereftalato butilénico); poli(tereftalato hexametilénico); poli(tereftalato octametilénico) poli(tereftalato decametilénico) y poli(tereftalato dodecametilénico).

- El poliéster ha de tener un punto de fusión por lo menos tan elevado como de 200°C y mejor aún superior a 200°C, por ejemplo de hasta 275°C. Se requieren puntos de fusión de 200°C por lo menos para uso en cuer-



das de neumáticos, y para tal uso el poliéster es ordinariamente tereftalato. Los ácidos aril-dicarboxílicos son preferiblemente simétricos, particularmente para uso en tejidos de neumáticos e incluyen por ejemplo al

5. ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido sim-bifenil-dicarboxílico, ácido difenil-metano-dicarboxílico (preferiblemente el 4,4'-isómero); ácido difenil-sulfona-dicarboxílico (preferiblemente el 4,4'-isómero), ácido difenil-1,2-etano-dicarboxílico, el ácido naftoico y an

10. traceno-dicarboxílico, etc. Los ácidos contienen de 8 a 16 átomos de carbono o más.

La poliamida lineal ha de tener un punto de fusión por lo menos tan elevado como de 175 ó 200°C y preferiblemente superior, tal como por ejemplo de 225

15. ó incluso de 240 ó 250 ó 275°C. Para fibras a utilizar en los neumáticos, el punto de fusión deberá ser de 200°C por lo menos. Las poliamidas que pueden emplearse incluyen a las derivadas de los ácidos dicarboxílicos, tales como por ejemplo ácido succínico, ácido glutárico,

20. ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido aze-laico y ácido sebácico; y las derivadas de diaminas que contienen por ejemplo de 2 a 10 átomos de carbono, tales como etilén diamina, tetrametilen diamina, hexametilen diamina, octametilen diamina, 1,4-di (metilamino) ciclo

25. hexano, como por ejemplo nylon 66 ó nylon 610, etc.; o bien el nylon puede ser derivado de un ácido omega-ami-no-carboxílico tal como el ácido omega-aminobutírico, ácido omega-aminopimélico, ácido omega-aminocaproico, etc. o las lactamas de los mismos. Así, el plástico puede

30. producirse utilizando nylons 4,5,6,7, 8 y 11. La polia-



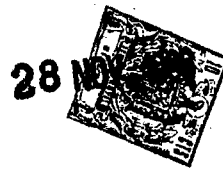
5. mida puede prepararse a partir de una lactama que contenga de 4 a 11 átomos de carbono y a la que se ha añadido una alquilen diamina durante la polimerización o mediante post-tratamiento de una poliamida que contiene grupos carboxilos; o bien la poliamida puede prepararse a partir de un producto de reacción de un ácido dicarboxílico y una diamina, y en la preparación de tal producto de reacción puede añadirse un ligero exceso de una diamina alifática tal como etilen diamina,
10. diamina tetrametilénica, hexameten diamina, etc., durante la polimerización o mediante post-tratamiento de poliamida.

15. En la producción comercial ordinaria, no se añaden diaminas en la producción de polilactamas y los polímeros tendrán aproximadamente un 50% de grupos terminales aminos.

Las poliamidas tienen deseablemente pesos moleculares del orden de 16.000 a 30.000.

20. En una versión preferida, el componente de nylon es un polímero resinoso de ácido epsilon-aminocaproico que tiene un peso molecular medio del orden de 18.000 a 27.000. Estos valores de pesos moleculares corresponden a una viscosidad relativa, determinada en ácido sulfúrico al 98% y a 25°C, del orden de 2,5 a 3,2.
25. Esta determinación se efectúa a partir de una solución de un gramo del polímero en 100 ml del ácido. Composiciones resinosas particularmente adecuadas de este carácter son comercialmente obtenibles bajo los nombres comerciales de Nylon-6 y Nylon-7.

30. Aunque las características de viscosidad de



5. cada una de estas resinas podrían expresarse en términos análogos, la práctica comercial ordinaria consiste en identificar las resinas poliésteres en términos de su viscosidad intrínseca y las resinas de nylon en términos de su viscosidad relativa.

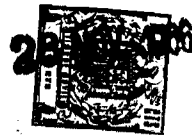
10. La producción de una mezcla satisfactorio de estas resinas implica un procedimiento cuidadoso. En primer lugar, es deseable evitar una interacción al azar entre los constituyentes resinosos de las mezclas de esta invención. Las composiciones de la presente invención son mezclas de resinas formadas bajo condiciones que mantengan 2 fases separadas y reduzcan al mínimo, dentro de lo posible, la interacción de una sustancia polímera con la otra. Aunque la interacción química puede controlarse por medios físicos, otro medio de reducción al mínimo de tal interacción química entre los polímeros consiste en utilizar polímeros terminalmente bloqueados. Ambas resinas tienen normalmente grupos terminales presentes en los reactivos a partir de los cuales se forman las resinas, por ejemplo -OH, -COOH y NH_2 . Normalmente no se intenta bloquear terminalmente los poli (tereftalatos alquilénicos). Sin embargo, el bloqueo de los extremos reactivos mediante reacción con ácidos alcoholes monofuncionales, amina o similares, será beneficioso en cuanto a reducir al mínimo la interacción indeseada.

15.

20.

25.

30. En el caso de los nylons, los materiales comerciales contienen ordinariamente algún bloqueo terminal, derivando los grupos terminales del acetato butil-amónico, ácido acético, ácido adípico, ácido se-



básico y butilamina.

Para producir las mezclas de las dos resinas, se ha observado la conveniencia de usar un extrusor del tipo de tornillo convencional. Los materiales se mezclan tan rápidamente como sean posible y a una temperatura también lo mas baja posible, pero superior al punto de fusión de ambos constitutivos. No se emplea ningún disolvente añadido. La temperatura del mezclado es difícil de indicar porque con resinas de diferentes viscosidades los puntos de fusión varían y son bastante mal definidos en el mejor de los casos. Sin embargo, la temperatura del mezclado es la temperatura mínima superior al punto de fusión de la resina de superior fusión, a la que se obtiene la deseada dispersión en un periodo de tiempo tan corto como sea posible. El extrusor proporciona un producto en forma de cordón que se corta luego en pastillas o virutas, se seca y luego se hila a través de una hilera del tipo convencionalmente usado para hilar nylon o resinas de poli(tereftalato etilénico). Puede utilizarse cualquier aparato mezclador que proporcione un buen mezclado con un tiempo de permanencia y una temperatura mínimos.

Para preparar una mezcla satisfactoria con un determinado material poliamida y un poliéster determinado, existen diversas consideraciones importantes.

En primer lugar, los materiales a mezclar han de estar íntimamente secos, poseyendo un contenido en humedad inferior al 0,05% en peso aproximadamente. Contenidos en humedad superiores a esta proporción tienden a degradar los polímeros. Para alcanzar buen

28 NOV. 1966



- 12 -

nos resultados, es preferible que el contenido en humedad sea inferior al 0,02% aproximadamente.

En segundo lugar, las resinas han de ser minuciosamente mezcladas. La poliamida proporciona

5. la fase continua y el poliéster es la fase discontinua. El tamaño medio de partícula del poliéster es preferiblemente inferior a 5 micras y preferiblemente una proporción mayor, es decir superior al 50%, del poli (tereftalato etilénico) tendrá un tamaño medio de partícula del orden de 2 a 3 micras.

10. Se ha observado también que para un hilado satisfactorio el contenido en humedad de la mezcla en el momento del hilado deberá ser inferior al 0,02% aproximadamente.

15. La siguiente consideración importante en cuanto a la manipulación de estas mezclas es el tiempo de permanencia durante el cual la mezcla se encuentra en estado fundido. Como estas resinas son mutuamente reactivas, deberán mantenerse unas condiciones que favorezcan la interacción de los polímeros durante el periodo de tiempo mas corto posible. El grado de interacción es función del tiempo y la temperatura. Para la consecución de una mínima interacción, pueden incorporarse en la mezcla antioxidantes, interruptores de cadenas y estabilizadores de cobre. Niveles convenientes de temperaturas, con que deberá efectuarse el mezclado son los de 249 a 282°C. Un nylon-6 comercialmente obtenible, el poli (epsilon-caprolactama), tiene un punto de fusión del orden de 216 a 221°C y normalmente
- 20.
- 25.
30. se hila a una temperatura de 245 a 282°C. Un adecuado



- poli (tereftalato etilénico) comercialmente obtenible tiene un punto de fusión del orden de 240 a 265^oC. A efectos de hilado, la temperatura del componente de inferior punto de fusión en la mezcla determina la temperatura de hilado;
5. así, en una mezcla 30:70 de las resinas anteriormente mencionadas, la temperatura de hilado sería la del nylon-6, es decir de 245 a 282^oC. Estos materiales se hilan como sistema de dos fases, es decir una dispersión del poliéster en la poliamida.
10. Hablando en términos generales con relación al hilado, son aplicables las técnicas de hilado convencionales a las composiciones de la presente invención y así las condiciones que se basan en el hilado de cualquiera de los componentes individualmente, son las condiciones que pueden emplearse para hilar la mezcla de los componentes.
15. A efectos de hilado, el contenido en humedad de la mezcla es deseablemente inferior al 0,02 % y preferiblemente inferior al 0,01% en peso. Después de que se ha mezclado el producto, y se ha cortado el resultante producto en forma de cordón en pastillas y estas últimas han sido secadas por cualquier método adecuado, tal como secado en vacío a 80-127^oC, puede pasarse gas nitrógeno caliente y seco sobre el producto reducido a pastillas.
20. El producto puede captar humedad al exponerse a la atmósfera y en un tiempo de dos horas a temperatura ambiente el contenido en humedad puede incrementarse desde un mínimo del 0,01 al 0,1%. La humedad es particularmente nociva para el componente poli (tereftalato etilénico) y acelera la interacción de las resinas.
- 25.
- 30.



Es conveniente en este punto ilustrar adicionalmente la invención ofreciendo algunos ejemplos específicos de composiciones y métodos de formación de las mismas, entendiéndose que tales ejemplos son a efectos ilustrativos exclusivamente y de acuerdo con las enseñanzas de los mismos los expertos en el arte podrán idear y mezclar ejemplos adicionales de los dos componentes resinosos usados en la formación de estas mezclas.

5.

EJEMPLO I

10.

Se secaron minuciosamente a 90°C , a un contenido en humedad del 0,01% 450 Kilos de una mezcla seca consistente en 315 Kilos virutas de nylon 6, (viscosidad relativa en $\text{SO}_4\text{H}_2 = 2,78$) y 135 Kilos de poli (te refatalato etilénico) (viscosidad intrínseca en fenol:

15.

tetracloroetano 50:50 = 0,70). Esta mezcla se pasó a través de un extrusionador Werner-Pfleiderer de tornillos genelos a un ritmo de 90 kilos por hora, con una temperatura de 282°C en las tres zonas últimas. Los cordones restantes fueron cortados y secados en un secador en vacío a 90°C , hasta un contenido en humedad del 0,01%.

20.

El examen de la mezcla bajo un microscopio de fases mostró que el tamaño de partícula del poliéster disperso en la fase continua de nylon-6 era generalmente inferior a 5 micras, indicando una dispersión muy satisfactoria.

25.

La viscosidad relativa de una solución al 1,54% de las virutas de esta mezcla en SO_4H_2 era de 3,20.

30.

Este producto se hiló fácilmente a través de una hilera de 90 orificios con una abertura circular de 0,50 milímetros a 279°C . El tiempo de mantenimiento de la masa fundida fué aproximadamente de 9 minutos. El

28 NOV 1958



- 15 -

5. hilo recogido fué estirado sobre un pasador y una placa mantenidos a 162°C , de manera que la relación de estirado fuese de 4,71 para proporcionar una tenacidad de 5,9 g/denier. La viscosidad relativa de una solución al 1,54% en ácido sulfúrico concentrado había descendido a 1,94, indicando una apreciable interacción de los dos polímeros durante el hilado. No obstante, el producto se hiló bien y produjo una fibra útil.

EJEMPLO II

10. Se hiló una mezcla idéntica a la preparada en el ejemplo I bajo las mismas condiciones de dicho ejemplo, con la excepción de que el tiempo de mantenimiento o "tiempo de permanencia" en la fase fundida fué de 3 minutos solo, aproximadamente. El hilo resultante fué estirado como en el ejemplo I y produjo un hilo de
15. una tenacidad de 7,3 g/denier y un alargamiento en el punto de rotura del 15%. La viscosidad relativa en ácido sulfúrico de una concentración del 1,54% era de 2,55, indicando un grado muy inferior de interacción y una mejora en las propiedades con el tiempo de mantenimiento
20. mas corto. Este producto forma un material de cuerda para neumático muy satisfactorio.

EJEMPLO III

25. Se secó a un contenido en humedad del 0,01 % una mezcla de virutas secas consistente en 2.100 partes de nylon-6 estabilizadas con 200 partes por millón de acetato de cobre y 500 partes por millón de cloruro de amonio y 900 partes de poli(tereftalato etilénico). El nylon-6 tenía una viscosidad relativa, al 1,00% en SO_4H_2 concentrado, de 2,70, y el poli
30. (tereftalato etilénico) una viscosidad intrínseca de



0,7. Se añadió un 0,5% de etileno-bis-estearamida como auxiliar de elaboración.

5. La mezcla de viruta seca se pasó a través de un extrusionador Werner-Pfleiderer de tornillos gemelos a 251°C y la mezcla resultante polímera fué cortada y secada en un secador de vacío hasta un contenido en humedad del 0,01%. La dispersión, determinada con un microscopio de fases, era excelente, y el tamaño de partículas de la fase poliéster dispersa era del orden de 2 a 3 micras.

10. El polímero fué hilado a 277°C a través de una hilera de 136 orificios de 0,50 y 0,76 milímetros para producir un hilo muy uniforme que fué estirado sobre un pasador y una placa a 190°C, a una relación total de estirado de 5,43. El resultante hilo de excelente calidad tenía una tenacidad de 8,0 g/denier y un alargamiento en el punto de rotura del 16,3%. Este producto forma un material para cuerdas de neumáticos muy satisfactorio.

15.

EJEMPLO IV

20. Se polimerizó monómero de enantolactama a una viscosidad relativa de 2,81, determinada en una solución al 1% en SO₄H₂ concentrado. Se mezcló una composición seca formada por 280 partes en peso de la anterior poli (enantolactama) (nylon-7) y 120 partes en peso de poli (tereftalato etilénico) de una viscosidad intrínseca de 0,76, pasando la mezcla a través de un extrusionador NRM de 25,4 milímetros, usando un tornillo de dos etapas completamente avanzado, a fin de obtener

25. una dispersión uniforme del poliéster en el nylon-7.

30.



Después de cortar el cordón extrusionado, la mezcla cortada se secó bajo vacío de 126°C durante 18 horas y se pasaron las virutas a través de una unidad hiladora del tipo de cargas Chemtex. La mezcla se hiló bien a través de un troquel de 17 orificios de un diámetro de 0,76 a 1,01 milímetros. El hilo estirado presentaba unas características superiores en cuanto a su utilidad como cuerda para neumáticos con baja formación de puntos planos.

10. El nylon-6 y el nylon-7 anteriormente ejemplificados son materiales particularmente adecuados para formar la fase poliamida continua.

EJEMPLO V

Se ha observado que pueden hilarse mezclas físicas de virutas de poli(epsilon-caprolactama)(nylón-6) y virutas de poli (tereftalato etilénico) directamente a partir de una hilera alimentada por un extrusor y una bomba medidora. Como ilustración de esto, se pesaron los siguientes materiales como preparación a su mezclado:

20. Poli (épsilon-caprolactama)
viscosidad relativa = 2,80 2310 partes
- Poli (tereftalato etilénico),
viscosidad intrínseca = 0,70 990 partes
25. Acrawax C, cera sintética que tiene un punto de fusión de 137 a 139°C y un punto de ignición de 285°C y un peso específico de 0,975
(Acrawax C) 13,2 partes

30. La composición anterior se mezcló en seco y



se secó en un secador al vacío cónico a fin de formar una mezcla uniforme de los ingredientes. El nivel de humedad de esta mezcla secada se determinó como inferior al 0,01%. La anterior mezcla física de virutas se introdujo luego en un extrusionador que la fundió, y, debido a la acción mecánica del mecanismo de alimentación del extrusionador, mezcló adicionalmente la mezcla de polímeros en estado líquido.

La masa fundida resultante fué luego bombeada a unas hileras alimentadas mediante bombas medidoras de acuerdo con procedimientos bien conocidos en el arte. Las hileras estaban provistas de troqueles con orificios de 0,50 milímetros. Después de estirar u orientar el resultante hilo, se obtuvieron unas tenacidades de 9,12 gramos por denier.

El ingrediente de cera sintética facilita la operación se hilado proporcionando un lubricante. Este ingrediente no es esencial y puede eliminarse de la composición. Controlando las variables de tiempo, temperatura y presión del troquel de acuerdo con técnicas de hilado determinadas y convencionales, puede obtenerse un hilo de elevada calidad efectuando el mezclado de las resinas mediante mezclado en seco preliminar, seguido de mezclado en estado fundido mediante la acción mecánica del aparato extrusionador.

Por los anteriores ejemplos, se observará que estas mezclas se forman mediante una técnica de mezclado en estado fundido que implica la aplicación de elevadas fuerzas cortantes a resinas licuadas y mantenidas a una temperatura próxima, pero superior, al punto de fusión



5. del componente de superior fusión. El hilado, por otra parte, se lleva a cabo a una temperatura próxima a la de hilado del componente de inferior fusión. Por "próximo" se entiende dentro de los 28°C aproximadamente. El tiempo de permanencia de estas resinas bajo las temperaturas elevadas debe ser inferior a 15 minutos y en muchos casos, como se ilustra en el ejemplo I, no superior a unoá 9 minutos y preferiblemente inferior a 5 minutos.

10. Como se indica anteriormente, pueden emplearse muchos dispositivos para extender la permanencia de las resinas a temperaturas superiores a sus respectivos puntos de fusión, tales como el uso de inhibidores de reacción, por ejemplo antioxidantes y ciertos compuestos de cobre, que tienden a evitar o inhibir la interacción de las resinas. Ha de efectuarse un laboreo sobre la mezcla a fin de conseguir un satisfactorio grado de subdivisión de la fase dispersa y el tiempo de exposición a la operación de mezclado está determinado por la eficacia de la máquina en cuanto a conseguir una dispersión y por la resistencia de la mezcla a la interacción en la que la fase dispersa tiene un tamaño de partículas visiblemente determinado con la ayuda de un microscopio de fases.

15. Si se emplea una operación de premezclado resinosa se enfría normalmente a temperaturas normales, por ejemplo temperatura ambiente, a las que parece ser estable indefinidamente. Incluso a las temperaturas a las que normalmente funcionan los neumáticos, no se produce ningún deterioro evidente de la mezcla resinosa. De igual modo, después del hilado, los filamentos resultantes que salen de la hilera son templados y luego estirados a fin de orientarlos y desarrollar unas propiedades máximas.

20.

25.

30.



5. Pueden utilizarse otros modos de aplicación del principio de esta invención en lugar de los específicamente expuestos antes, introduciéndose cambios en lo que respecta a los detalles aquí descritos, siempre que se empleen los elementos expuestos en cualquiera de las siguientes reivindicaciones o el equivalente de los mismos.

N O T A

10. 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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y
15. por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA DISPERSION RESINOSA HILABLE", caracterizándose por lo siguiente:

20. 1.- Procedimiento para preparar una dispersión resinosa hilable, caracterizado porque se dispersa de un 25 a un 40% en peso de un poli(aril-dicarboxilato alquilénico) de una viscosidad intrínseca del orden de 0,6 a 1,2 en una fase continua formada por una poliamida en la que la unidad polímera contiene de 4 a 11 átomos de
25. carbono, y con una viscosidad relativa, determinada a 25°C en SO_4H_2 concentrado (98%), de 2,5 a 3,2.

30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se dispersa de un 25 a un 40% en peso de un poli(aril-dicarboxilato alquilénico) que tiene un peso molecular medio del orden de 16.000 a 30.000 como fase dispersa, y un poli(aminoácido) en el que la



unidad polímera aminoácido contiene de 4 a 11 átomos de carbono y presenta un peso molecular medio del orden de 18.000 a 27.000, como fase continua.

5. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el poli(aril-dicarboxilato alquilénico) es un poli(tereftalato alquilénico) en el que el grupo sustitutivo alquileno contiene de 2 a 12 átomos de carbono.

10. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el poli(aril-dicarboxilato alquilénico) es un poli(tereftalato etilénico).

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el poli(tereftalato etilénico) está terminalmente bloqueado.

15. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la poliamida es una poli(épsilon-caprolactama).

20. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la poli(épsilon-caprolactama) está terminalmente bloqueada.

8.- Procedimiento según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el tamaño medio de partículas de la fase dispersa es inferior a 5 micras aproximadamente.

25. 9.- "Procedimiento para preparar una dispersión resinosa hilable", tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria y en los dibujos adjuntos.

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

28 NOV. 1968

Madrid,

THE FIRESTONE TIRE & RUBBER COMPANY.

J. GOMEZ DE BO Y MODET
P. Firmado: F. Hernández Ruiz

28 NOV 1968

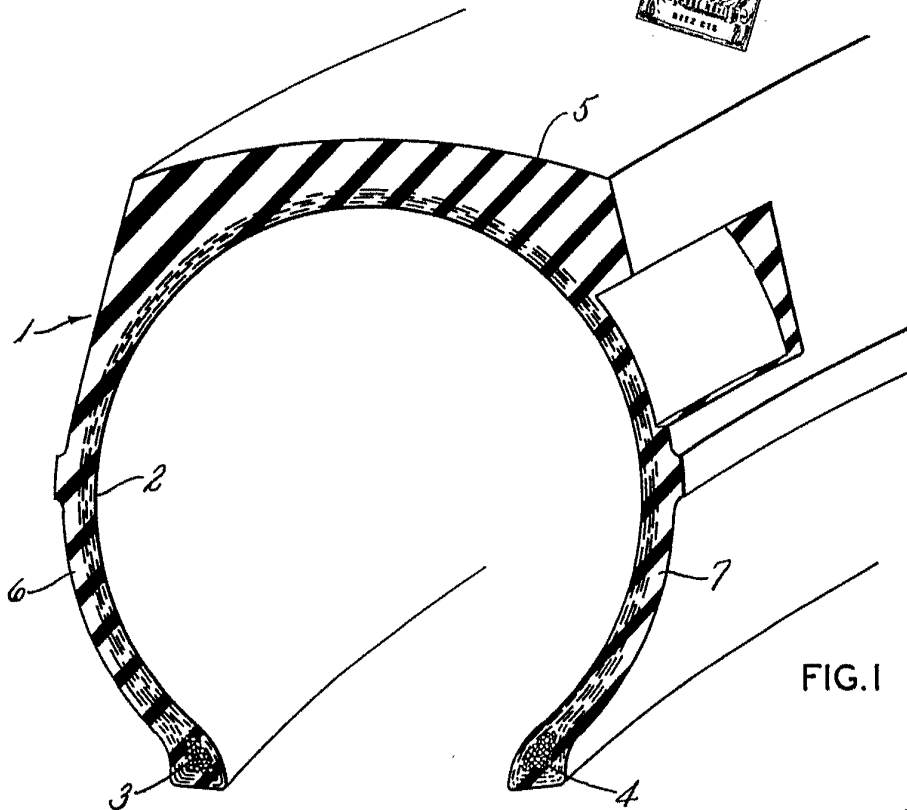


FIG. 1

ESCALA
VARIABLE

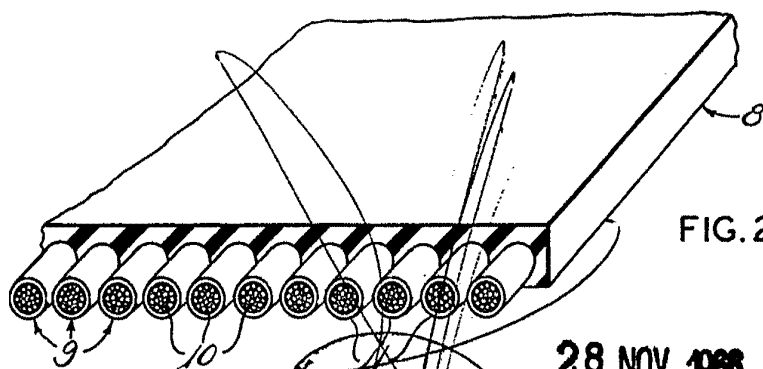


FIG. 2

28 NOV. 1968
Madrid
J. GOMEZ ACEBO Y MODEY
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz