

342133

P.- 35.545

, 6078- SP

21

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE GOODYEAR TIRE & RUBBER COMPANY, entidad nortea-
mericana, establecida en 1144 East Market Street, Akron, Ohio,
Estados Unidos de América, por:

"PROCEDIMIENTO PARA FORMAR UN COPOLIESTER COPOLIMERICO", (Clase
Internacional CO8g)

*****:*****



" RESINA DE COPOLIÉSTER "

342133

Esta invención se relaciona con nuevas resinas de copoliéster, con los filamentos, películas y otros productos de poliéster mejorados que se producen a partir de las mismas.

Los filamentos sintéticos de las resinas de poliéster aromáticas tales como tereftalato de polietileno se componen de moléculas lineales relativamente grandes. A fin de que dichos filamentos tengan propiedades de hilo adecuadas las resinas a partir de las cuales se elaboran deben ser de alto peso molecular. Se ha encontrado, por lo general, que cuanto mayor es el peso molecular de la resina a partir de la cual se prepara el filamento son mejores las



- 2 - 342133

propiedades físicas que pueden inducirse en los filamentos. Un límite práctico en el peso molecular del polímero se determina mediante la viscosidad de fusión del polímero a temperaturas de hilado. Por lo tanto, si la viscosidad de fusión del polímero es demasiado elevada se experimenta dificultad considerable en el hilado de las fibras. En el caso de fibras industriales, es deseable que los pesos moleculares de las resinas sean tan elevados como sea práctico en vista de los usos de las fibras y de las características de tratamiento de la resina en la operación de hilar.

El tereftalato de polietileno de alto peso molecular es un polímero que puede formarse en fibras que tienen alta tenacidad y otras propiedades que permiten su uso como fibras industriales pero la resina al peso molecular elevado que se requiere para producir dichas fibras es extremadamente viscosa en el estado fundido. Para fibras industriales superiores es necesario que el peso molecular de la resina sea tan elevado como lo permitan las limitaciones de tratamiento prácticas.

De conformidad con la invención se ha descubierto un nuevo copoliéster. Estos copoliésteres son copolímeros de etilen glicol-ácido tereftálico y ácido de dimero en donde las unidades del ácido de dimero comprenden de 0.5 a 5 por ciento de las unidades de ácido en el copoliéster.

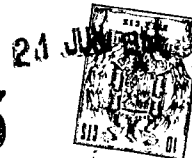


342133

Por razones de conveniencia estos copoliesteres son denominados en la presente copoliesteres de tereftalato de etileno y dimerato de etileno.

Estos nuevos copoliesteres tienen viscosidad de fusión reducida en comparación con el tereftalato de polietileno y las fibras de estas resinas se ha encontrado inesperadamente que tienen una afinidad mucho mayor para los colorantes de dispersión que las fibras de tereftalato de polietileno. Esta última propiedad es de interés considerable debido a que los filamentos de las resinas de poliéster aromático tales como el tereftalato de polietileno son estructuras cristalinas altamente orientadas que son más difíciles de teñir que los filamentos o hilos elaborados a partir de fibras naturales o de fibras de proteína o de celulosa regenerada. La estructura cristalina orientada de las fibras de poliéster aromático no puede ser fácilmente penetrada por el agua o por las moléculas de las materias colorantes durante los procedimientos de teñido convencionales.

Las telas que se hacen a partir de fibras de tereftalato de polietileno pueden teñirse mediante materias colorantes dispersas a temperaturas elevadas dentro de la escala de 120° a 130°C. a presión superior a la atmosférica o empleando un portador para emplear las fibras a fin de permitir la penetración de los colorantes de dispersión.



Estas temperaturas son demasiado elevadas para ciertas fibras naturales, y las telas de mezclas de fibras de poliéster con fibras naturales pueden dañarse mediante dichas temperaturas. El uso de portadores es indeseable debido a que son difíciles de eliminar de las fibras y pueden plastificar o reblandecer las fibras de poliéster y hacerlas menos capaces de prestar servicio. Además, los portadores hinchaban las fibras y las hacen menos resistentes a los efectos de los solventes de lavado en seco. Además, el uso de un portador se añade al costo del teñido de las fibras debido a que las fibras teñidas con la ayuda de un portador deben someterse a un tratamiento adicional para eliminar el portador absorbido. Por lo que es deseable que la fibra de poliéster, particularmente aquella que se destina para mezclarse con otras fibras, sea capaz de teñirse a temperaturas de aproximadamente 100°C. o inferiores sin el uso de un portador.

Un objeto de la invención es proporcionar resinas de copoliéster nuevas apropiadas para hilarse en fibras que puedan teñirse con materiales colorantes de dispersión. Otro objeto de la invención es proporcionar fibras de poliéster mejoradas que puedan teñirse sin usar un portador para ayudar al teñido. Otro objeto es proporcionar resinas de copoliéster nuevas que tengan viscosidad de fusión reducida. Otro objeto es proporcionar resinas de copoliéster apropiadas para la fabricación de fibras de alta tenacidad. Todavía otro objeto de la invención es proporcionar un proceso para hacer las resinas de copoliéster. Otros objetos aparecerán a continuación



a medida que avanza la descripción de la invención.

De conformidad con la invención se ha descubierto un nuevo tipo de copoliéster. Estos nuevos copoliésteres poseen las propiedades más deseable del homopolímero de tereftalato de polietileno y también tienen afinidad al colorante grandemente mejorada y una viscosidad de fusión reducida, Estos copoliésteres pueden obtenerse haciendo reaccionar juntos etilen glicol, ácido tereftálico y un ácido de dímero o haciendo reaccionar etilen glicol con derivados formadores de éster del ácido tereftálico tales como los ésteres de alquilo inferior y otras variedades reconocidas y luego con el ácido de dímero. El ácido de dímero que se usa en la invención se prepara dimerizando un ácido graso no saturado que contiene 18 átomos de carbono tal como ácido linoléico o ácido linolénico o un éster de alcohol monohídrico del mismo. La preparación y la estructura del ácido graso dimerizado se describe en el Diario de la Sociedad Química América 66, 84 (1944) y en la Patente de los Estados Unidos Número 2,347,562. Hay disponibles varias clases diferentes de dichos ácidos grasos dimerizados de fuentes comerciales y estos ácidos varían en el valor de yodo y el contenido de monómero y trímero. De preferencia el ácido de dímero usado esté prácticamente exento de fracciones de monómero y de trímero mediante destilación molecular o por otros medios apropiados. El ácido de dímero usado de preferencia se reduce para saturar todos los enlaces dobles de carbono a carbono en el ácido dimerizado aún cuando puede usarse, si se desea, un ácido no saturado. La relación molar de los radicales de ácido tereftálico a radicales de ácido de dímero en los copolímeros formados puede ser



- 6 -

342133

de 99,0:0,5 a 95:5. Por lo tanto los copoliésteres pueden contener unidades de tereftalato de etileno en una cantidad de 9,5 a 95 por ciento de la suma de las unidades de tereftalato de etileno y las unidades de dimerato de etileno en el copoliéster, y correspondientemente de 0,5 a 5 por ciento de dicha suma de unidades de dimerato de etileno. (El término dimerato se usa para indicar el éster del ácido de dímero).

En un método preferido para preparar los copolímeros de la invención, tereftalato de dimetil y etilenglicol se hacen reaccionar a temperatura de 140° a 205°C. en presencia de un catalizador a presión atmosférica y el metanol liberado se destila. Pueden usarse varios catalizadores para esta reacción de intercambio de éster. Los catalizadores asociados son catalizadores tales como acetato de zinc, acetato de plomo, acetato de manganeso, acetato de plomo y litargidio. La cantidad deseada del ácido de dímero se añade luego y el calentamiento continua a temperatura de 200°C. hasta 220°C. para destilar el agua formada como resultado de la reacción del ácido de dímero. Aún cuando no es esencial que se añada un catalizador a la mezcla de reacción en la reacción de esterificación, será evidente para aquellas personas expertas en el arte que pueden usar ciertos catalizadores de esterificación para activar la reacción de esterificación. Los ejemplos representativos de dichos catalizadores incluyen los glicolatos de metal soluble, alcóxidos sales de ácidos débiles, aminas terciarias y metales ampotéricos, cuando

- 7 - 342133



se ha destilado la cantidad teórica de agua, se aplica gradualmente un vacío hasta que se llega a una presión de un milímetro de mercurio. Simultáneamente se eleva gradualmente la temperatura de reacción desde aproximadamente 220° a 275°C. El glicol liberado en la condensación se destila. Cuando se logra la viscosidad de fusión deseada, la fusión de copolímero se descarga del reactor.

Pueden usarse varios catalizadores para la reacción de condensación, Los ejemplos representativos de los catalizadores apropiados son trióxido de antimonio, litargidio, componentes solubles en glicol de titanio y compuestos solubles en glicol de cobalto.

A fin de que se tengan buenas propiedades físicas en los productos es necesario que los copolíesteres tengan un peso molecular elevado, es decir, una viscosidad intrínseca de por lo menos 0.3 y de preferencia de por lo menos 0.5. El hilado por fusión de estas nuevas resinas de copoliéster produce filamentos de poliéster que tienen propiedades de teñido mejoradas. Pueden teñirse con materias colorantes dispersas sin usar un portador para ayudar al teñido. Pueden usarse varios colorantes de dispersión. Los ejemplos representativos de dichos colorantes son Azul Duranol G, Escarlata Dispersol T, Dispersol F, Naranja B y Duranol Br, Amarillo Tr.

Los siguientes ejemplos se dan a conocer para ilustrar la invención. En estos ejemplos las partes y porcentajes son en peso a no ser que se indique lo contrario.

342133

Ejemplo 1

Un matraz de tres cuellos de capacidad de tres litros equipado con un agitador, un termómetro y accesorios de destilación se cargó con 1105 gramos de tereftalato de dimetilo, 930 gramos de etilen glicol, 0.35 gramos de diacetato de manganeso y 0.35 gramos de trióxido de antimonio. La mezcla se calentó con agitación hasta que se completó la evolución del alcohol metílico. Luego se añadieron 171.6 gramos de ácido de dímero y la temperatura se elevó de 207° a 217°C. para destilar el agua formada mediante la reacción del ácido de dímero. Una porción del producto se trasladó en estado fundido hacia una autoclave de capacidad de un litro. La temperatura y el vacío se aumentaron lentamente de manera que después de una hora y 25 minutos se obtuvieron una temperatura de 280°C. y una presión de 1.9 milímetros de presión de mercurio, Después de media hora adicional bajo estas condiciones, el polímero se descargó del reactor. Tenía una viscosidad intrínseca de 0.674. El polímero se molió y se secó. Luego se hiló en hilo mediante un proceso de hilado por fusión convencional a temperatura de 293°C. y se orientó alargándose cuatro veces de su longitud original. Una muestra del hilo se tiñó con un colorante de Dispersión Escarlata Dispersol sin un portador a temperatura de 80°C. durante una hora. Este hilo se tiñó a un tono algo más oscuro que el hilo del homopolímero de tereftalato de etileno que se había teñido con la ayuda de un portador. El siguiente procedimiento se usó para teñir el hilo. El material se

342133



lavó en un baño que consistía de una parte de Lissapol 500 (un surfactante no iónico vendido por ICI Organics, Inc.), una parte de sosa y 1000 partes de agua durante 0.5 horas a temperatura de 70° a 100°C., luego se lavó con agua fría que contenía 1 por ciento de ácido acético y se colocó en un bidón que contenía un baño de colorante calentado a temperatura de 40°C. y que consistía de la siguiente mezcla:

Licor: artículos	20:1
Agua	400 ml.
Daxad 11KLS (agente de dispersión vendido por W. R. Grace and Company)	0.1%
Lissapol 500	0.1%
Colorante de Dispersión (Azul Duranol G)	0.7 g.

El baño colorante se calentó por medio de una planca caliente eléctrica hasta la ebullición en 0.5 horas y se mantuvo en ebullición durante 1.0 hora. El material se quitó del baño y se enjuagó con agua fría. El colorante suelto se quitó colocando el hilo en un baño mantenido a temperatura de 25°C. que consistía de:

Agua	250 ml.
NaOH (al30%)	1.5 ml.
Hidrosulfato de Sodio	0.5 g.
Lissolamina A (ICI Organics,Inc.)	0.5 g.

La temperatura del baño se elevó hasta 50°C. y se mantuvo a esta temperatura durante 0.5 horas. El material luego se enjuagó en agua fría, se lavó durante 0.5 horas en agua que contenía 0.1 por



ciento de Lissapol 500 a temperatura de 70° a 80°C. y de nuevo se enjuagó con agua fría.

Ejemplo 2

Se preparó una resina de copoliéster de tereftalato de etileno y dimerato de etileno de 97.5/2.5. El polímero se hiló en un hilo y se tiñó como en el Ejemplo 1 con varios colorantes dispersos. La capacidad de teñido fué igual a o mejor que aquella de un control de homopolímero de tereftalato de polietileno teñido con un portador. Las pruebas de lavado en el hilo indicaron únicamente un corrimiento pequeño del colorante. Las pruebas en la fibra para determinar la tenacidad, la estabilidad térmica, la estabilidad hidrolítica y la extracción del colorante indicaron todas que la fibra de copoliéster era igual a o mejor que un control de un homopolímero de tereftalato de polietileno.

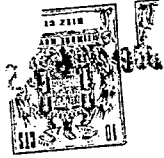
Ejemplo 3

Se preparó un copoliéster de tereftalato de etileno y dimerato de etileno de 95/5. El polímero se hiló para formar un hilo y se tiñó de conformidad con el procedimiento usado en el Ejemplo 1. La capacidad de teñido era mejor que aquella del homopolímero de tereftalato de polietileno teñido con un portador.

Los datos de las propiedades de las fibras de copoliéster se tabulan en los Cuadros I y II. Los datos de las fibras del

342133

- 11 -



homopolímero de tereftalato de etileno y copoliéster de tereftalato de etileno e isoftalato de etileno de 90/10 se incluyen para proporcionar una norma para comparación.

Cuadro I

	<u>TE/DE</u>				<u>TE/I</u>	
	<u>95/5</u>	<u>97.5/2.5</u>	<u>98.25/1.75</u>	<u>99.1</u>	<u>100/0*</u>	<u>90/10</u>
Polímero VI	0.72	0.70	0.75	0.70	0.62	0.62
Temperatura de hilado	293°C.	293°C.	293°C.	293°C.	293°C.	293°C.
Hilo, VI	0.72	0.69	0.73	0.70	0.59	-
Relación de Estirado	4X	4X	4X	4X	4.5X	4.2X
Denier Estirado y Cuenta	74/35	74/35	88/35	74/35	84/35	74/35
Tenacidad, gramos por denier	5.1	5.3	5.6	5.8	4.4	4.9
Elongación a la rotura	18%	18%	25%	21%	27%	19%
Encogimiento (100°C. H O) 2	◁5%	◁5%	◁6.5%	◁5%	◁5%	◁10%

VI-Viscosidad Intrínseca

* - Resinas deslustradas con 0.35 por ciento de TiO₂



Cuadro II

342133

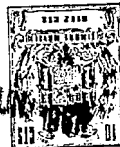
<u>Composicion</u>	<u>99/1 TE/DE</u>	<u>97.5/2.5 TE/DE</u>	<u>95/5 TE/DE</u>	<u>100/0TE</u>
Degradación hidrolítica, % de Enlaces Rotos	0.08	0.08	0.09	0.09
Degradación Térmica, % de Enlaces Rotos	0.02	0.02	0.02	0.03
Contenido de Carboxilo eq/106 gramos	15	11	11	19
Punto de Fusión, °C.ADT	255	252	250	257
Viscosidad Intrínseca	0.707	0.705	0.718	0.677

ADT - Análisis de Diferencial Térmico

El porcentaje de enlaces rotos durante la expresión al calor o la estabilidad térmica de cada una de las resinas en el cuadro se determinó de la siguiente manera:

Se calentaron aproximadamente 10 gramos de polímero completamente secado en una atmósfera de nitrógeno durante 2 horas en un tubo de prueba insertado en un bloque de aluminio mantenido a temperatura de 280°C. La viscosidad intrínseca de la resina de poliéster original y de cada uno de las muestras de resina depoliéster tratadas de manera se determinó en un solvente mezclado de fenol-tetracloroetano de 60/40 a temperatura de 30.0°C. El porcentaje de enlaces rotos se calculó para cada muestra de resina usando la siguiente fórmula:

- 13 - 342133²¹



$$\text{Porcentaje de enlace rotos} = \frac{\text{VI} - \text{VI}_{\text{degradada}}}{\text{VI}} \times C \times 100$$

en donde VI_{in} = Viscosidad Intrínseca del polímero antes de la degradación térmica.

$\text{VI}_{\text{degradada}}$ = viscosidad intrínseca después del tratamiento térmico.

C = un factor que depende de la escala de viscosidad de la muestra.

Los siguientes valores promedio de C se usaron en estos cálculos:

<u>ESCALA DE VI</u>	<u>Conversión del Factor C</u>
0.75 - 0.65	0.396
0.70 - 0.60	0.401
0.65 - 0.55	0.409
0.60 - 0.50	0.417
0.55 - 0.45	0.422
0.50 - 0.40	0.435

El porcentaje de enlaces rotos durante la exposición al vapor (o estabilidad hidrolítica) de cada una de las resinas se determinó de la siguiente manera:

Una porción de la muestra de polímero se cortó en partículas que tenían un diámetro de aproximadamente dos milímetros. Aproximadamente un gramo de estas partículas se calentó a temperatura de 140°C. bajo una presión de un milímetro de mercurio durante 16 horas.

342133



El polímero luego se traslado a un bidón de acero inoxidable de capacidad de 400 mililitros que contenía 20 mililitros de agua destilada. El bidón se colocó en un esterilizador de vapor y se calentó a temperatura de 120°C. durante seis horas. El polímero se recuperó del agua mediante filtración, se enjuagó con acetona y se secó durante tres horas a temperatura de 60°C. a presión atmosférica y luego durante 16 horas a temperatura de 140°C. y un milímetro de vacío. La viscosidad intrínseca del polímero tratado de esta manera se determinó en un solvente mezclado de fenol y tetracloroetano de 60/40 a temperatura de 30.0°C. El porcentaje de enlaces rotos debido al tratamiento de hidrólisis se calculó para cada muestra de resina usando la siguiente fórmula:

$$\text{Porcentaje de enlaces rotos} = \frac{\text{VI}_{in} - \text{VI}_{hidro}}{\text{VI}_{in} - \text{VI}_{Hidro}} \times C \times 100$$

en donde VI es la viscosidad intrínseca del polímero original y VI_{in} es la viscosidad intrínseca del polímero hidrolizado.

VI_{hidro} El contenido de carboxilo libre de los copliesteres se determinó usando el procedimiento descrito en la Química Análítica, Volumen 26, páginas 1614-1616 (1954) por Herbert Pohl.

La viscosidad intrínseca tal y como se registra para las resinas se define como el límite $\ln(\eta_r)$ a medida que C se aproxima a 0 en donde η_r es la viscosidad de una solución diluída de la resina en una mezcla de solvente de fenil y

- 15 - 342133



tetracloroetano de 60/40 dividida entre la viscosidad de la mezcla del solvente en las misma unidades a la misma temperatura. Para las viscosidades intrínsecas enumeradas en esta especificación, se disolvió una muestra suficiente de cada resina en la mezcla solvente para formar una solución que tenía una concentración de resina de aproximadamente 0.4 gramos por 100 centímetros cúbicos de la solución. El tiempo de flujo de cada solución y el solvente se midieron en un Viscosímetro Ubbelohde Número 1 a temperatura de 30.0°C. y estos tiempos se usaron en las viscosidades respectivas en la ecuación anterior.

Dos muestras de hilo de un copoliéster de tereftalato de etileno y dimerato de etileno de 97.5/2.5 de la invención se tejieron con tejido de punto de una tela para calcetines y se tiñeron de conformidad con el procedimiento anteriormente citado. El material para calcetines del copoliéster teñido se comparó con el material para calcetines de tereftalato de polietileno en pruebas de lavado con agua, lavado en seco y de decoloración. Los resultados de estas pruebas se enumeran en el Cuadro III que se da a continuación.



342133

Cuadro III

Lavado con agua a Temp. de 41°C. (1 hora)

Muestra	Polímero	Particularidades del colorante en artículos de tejido de Punto.	Lavado en seco.	Alteración en el tipo.	Decoloración	Descarga en seco	en húmedo.	Sublimación	Persepiración Al+eración en tono.	Decoloración
A	Tereftalato de etileno y dimerato de etileno- de 97.5/2.5	3.5% de azul Duranol G, - Sin portador 1-1/2 hrs. a temp. 97°C.	4	4	4	4	4	5	4	4
B	Tereftalato de polietileno	3.5% de azul Duranol con portador, 1-1/2 hrs. a temp. 98°C.	4	4	4	4	4	5	4	4
C	Tereftalato de etileno y Dimerato de etileno- de 97.5/2.5	3.5% de azul Latil Rln, sin portador, 1-1/2 hrs. a temp. 97°C.	4	4	4	4	4	5	4	4
D	Tereftalato de polietileno	3.5% de azul Latil Rln con portador, 1-1/2 hrs. a temp. 98°C.	4	4	4	4	4	5	4	4



Cuadro III (continuación)

En el cuadro anterior, las clasificaciones numéricas tienen los siguientes significados:

- 5 - Excelente
- 4 - Buena
- 3 - Regular
- 2 - Insatisfactoria
- 1 - Muy insatisfactoria.

342133

342133



- 18 -

Las viscosidades de fusión del homopolímero de tereftalato de polietileno y un copoliéster de 97.5/2.5 se determinaron a temperatura de 290°C. Las viscosidades intrínsecas de estos polímeros según se determinaron en una solución de fenol y tetracloroetano de 60/40 a temperatura de 30.0°C. fueron de 0.62 y 0.70 respectivamente. Los datos obtenidos se enumeran en el Cuadro IV que se da a continuación

<u>Cuadro IV</u>		
<u>Composición</u>	<u>Poises de la Viscosidad de fusión</u>	<u>Viscosidad Intrínseca</u>
100/0	2900	0.62
97.5/2.5	2900	0.70

Estos datos demuestran que los copoliésteres tienen una viscosidad intrínseca más elevada que el homopolímero del tereftalato de polietileno para una viscosidad de fusión determinada. La viscosidad de fusión inferior hace que el polímero sea más fácil de agitar y por lo tanto ayuda para llevar a cabo la reacción de polimerización. Por lo general los polímeros de peso molecular elevado que tienen viscosidad de fusión inferior experimentan menos degradación cuando se forman en productos mediante operaciones de extrusión por fusión.

Los copoliésteres de esta invención son materiales formadores de película valiosos y pueden hacerse películas a partir de los copoliésteres mediante extrusión por fusión o por otros medios apropiados. La orientación o el alargamiento mejora las

342133



propiedades de las películas. Las películas y las hojas metálicas de los poliésteres tienen buena claridad y un lustre brillante. Están caracterizadas por alta resistencia a la tensión y baja elongación, buena vida de añejamiento y propiedades eléctricas excelentes. Son particularmente útiles en aplicaciones de empaque cintas magnéticas, aislamiento eléctrico y otras aplicaciones en donde se utilizan películas cristalinas de alta resistencia física. Las películas de los copoliésteres pueden prepararse en estado amorfo mediante enfriando enfriando en exceso la película amorfa caliente antes de que ocurra la cristalización. Dichas películas pueden orientarse fácilmente calentándose y luego alargándose. Cuando se desea una orientación bi-axial, las películas se alargan en dos direcciones a ángulos rectos una con respecto a la otra.

Para ciertos usos es deseable alargar la película sólo en una dirección tal como por ejemplo en la preparación de cintas para usos industriales. El alargamiento en una dirección se logra fácilmente mediante tales métodos como el enrollamiento de una película desde un rollo a otro, girando el segundo rollo a una velocidad periférica más elevada que el primer rollo. Esta operación de alargamiento puede lograrse mediante métodos conocidos para aquellas personas expertas en el arte y se facilita calentando la película por cierto medio apropiado justamente antes del alargamiento real de la película.

Las fibras que se hacen a partir de las resinas de la invención pueden prepararse mediante extrusión por fusión y mediante hilado a partir de una solución en un solvente apropiado. Dichas fibras pueden orientarse y se orientan usualmente mediante estirado en



en frío. Si se desea, las fibras pueden fijarse térmicamente calentándolas a temperaturas elevadas mientras que se mantienen las mismas bajo tensión de conformidad con las prácticas conocidas. Las fibras fijadas térmicamente, orientadas de la envención tienen las propiedades de teñido mejorado, alta tenacidad, baja elongación y otras propiedades deseables. Son particularmente útiles en la fabricaciones textiles que incluyen mezclas de fibra cortada que contiene aproximadamente de 25 a 65 por ciento en peso de fibra cortada de copoliéster y 75 a 35 por ciento en peso de otra fibra cortada. Las mezclas de las fibras de bajo encogimiento pueden usarse para fabricar prendas de vestir tales como trajes para caballero y damas, ropa de deporte, ropa interior, camisas de deporte, suéteres y vestidos. Otros usos será en la fabricación de cubiertas, sábanas, cubiertas para colchones y tapicería. La fibra cortada de bajo encogimiento que va a mezclarse con los copolíesteres de esta invención puede ser fibras de algodón, seda, rayón, lino, lana, polímeros y copolímeros acrílicos, fibras de nylon y poliéster tales como tereftalato de polietileno y tereftalato de poli-1,4 ciclohexileno-dimetileno. Las mezclas preferidas son de 25 a 65 por ciento en peso de un copoliéster de tereftalato de etileno y diámetro de etileno de 97.5/2.5 con de 75 a 35 por ciento en peso de un algodón y de 25 a 65 por ciento en peso de un copoliéster de tereftalato de etileno y de diámetro de etileno de 97.5/2.5 con de 75 a 35 por ciento en peso de lana.

Las mezclas de las fibras de bajo encogimiento con fibras que tienen características de alto encogimiento son útiles para hacer hilos capaces de esponjarse y voluminosos, telas texturizadas y tapetes. Las fibras de alto encogimiento apropiadas son tereftalato de

342133



- 21 -

polietileno capaz de encogerse, nylon capaz de encogerse, copoliésteres capaces de encogerse de tereftalato de etileno con un monómero de modificación.

Las mezclas de las fibras de copoliésteres con fibras que tienen propiedades elásticas son útiles en fábricas de estirado, ropa de deporte, calcetines y otras aplicaciones en donde se requieren materiales capaces de estirarse. Las mezclas con fibras de poliéster elásticas y con fibras de poliuretano elásticas tales como Lyera son útiles en aplicaciones de estirado.

Pueden también hacerse fibras de copoliésteres que tienen propiedades de encogimiento elevadas orientándolas sin la fijación térmica subsecuente. Dichas fibras pueden hacerse para encogerse 30 por ciento o más mediante un tratamiento térmico subsecuente sin tensión por ejemplo tratando las fibras con agua hirviendo. Las fibras de alto encogimiento son particularmente útiles en mezclas con otras fibras que tienen características de encogimiento diferentes particularmente con fibras que tienen características de bajo encogimiento.

Las mezclas pueden ser mezclas de filamentos continuos de los copoliésteres de esta invención con filamentos continuos de otros materiales o las mezclas pueden ser mezclas de fibras cortadas. Dichas mezclas son útiles para hacer hilos compuestos capaces de abultarse, hilos voluminosos, fibras y telas rizadas. Las mezclas de fibras que tienen características de encogimiento diferenciales son particularmente útiles en prendas de vestir permanentemente plegadas, telas de aislamiento térmico, telas de texturizado y tapetes.



342133

Aún cuando los copoliesteres generalmente se usarán sin revolverse adicionalmente pueden revolverse con otros materiales, si se desea. Las resinas compatibles, los elastómeros, pigmentos, agentes de despulido, colorantes, plastificantes y otros ingredientes pueden añadirse ya sea mezclando los materiales juntos en un molino apropiado u otros aparato mezclador o mezclando dichos ingredientes en soluciones de los poliesteres en un solvente.

Aún cuando se han mostrado ciertas modalidades y detalles representativos para fin de ilustrar la invención, seña evidente para aquellas personas expertas en el arte que pueden hacerse varios cambios y modificaciones en la misma sin apartarse del espíritu ni del alcance de la invención.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 13 de Julio de 1.966, bajo el número 564.741, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

342133



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 13 de Julio de 1966 bajo el N° 564.741, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- N O T A -

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

15

20

25

30

1.- Procedimiento para formar un copoliéster copolimérico de alto peso molecular que tiene una viscosidad intrínseca de por lo menos 0,3 que comprende condensar una mezcla de éster de bis-etilen glicol del ácido tereftálico y el éster del bis-etilen glicol de un ácido que se selecciona del grupo que consiste de un ácido de dímero y ácido de dímero hidrogenado con la eliminación del glicol, comprendiendo las unidades de tereftalato de 95,0 a 99,5 por ciento de la suma de las unidades de tereftalato de glicol y las unidades del éster del ácido de dímero de glicol usadas en la mezcla y comprendiendo correspondientemente las unidades del ácido de dímero de 5,0 a 0,5 por ciento de dicha suma.

2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la mezcla de esteres de glicol se prepara haciendo reaccionar tereftalato de bis-hidroxietilo, etilen glicol y un ácido que se selecciona del grupo que consiste de

342133



ácido de dímero y dímero hidrogenado.

5 3.- El procedimiento de la reivindicación 1, en donde las unidades de tereftalato de etileno comprenden de 99,5 a 97,0 por ciento de la suma de las unidades de tereftalato de etileno y del ácido de dímero de etileno en el copoliéster, y las unidades del ácido de dímero de etileno comprenden de 0,5 a 3,0 por ciento de la suma.

10 4.- El procedimiento de la reivindicación 1, en donde las unidades de tereftalato de etileno comprenden aproximadamente 97,5 por ciento de la suma de las unidades de tereftalato de etileno y del ácido de dímero de etileno en el copoliéster y las unidades del ácido de dímero de etileno comprenden aproximadamente 2,5 por ciento de la suma.

15 5.- El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el copoliéster resultante es convertido en una fibra y mezclado con de 75 a 35 por ciento en el peso de una fibra natural que se selecciona del grupo que consiste de algodón y lana.

20 6.- El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el copoliéster es convertido en una película.

7.- El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el copoliéster es convertido en una fibra orientada.

25 8.- Procedimiento para formar un copoliéster - copolimérico.

342133



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

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

10 MAY. 1966

5

Madrid,

P.A.

Alberto de Echevarria
Alberto de Echevarria

10