

PATENTE DE INVENCIÓN

28 JUL 1957

Folio 10527.

343530



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de fibras
poliamídicas"

Solicitante: ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana,
residente en: 61 Broadway, New York, 6, New York,
EE. UU. de A.

=====

Este invento se refiere a la preparación de
fibras de composiciones que contengan poliesteres dis-
persados en poliamidas.

Las composiciones hilables útiles por la
5. producción de una gran variedad de productos textiles

- 2 -
343530



- que incluyen cordones para cubiertas neumáticas de automóvil, cortinajes, y prenuas de vestir, pueden prepararse por extrusión de composiciones mezcladas en húmedo, que contengan poliesteres tales como tereftalatos de polietileno, con poliamidas, especialmente nylons tales como la poliacroamida y polihexametilen adipamida. Los filamentos pueden formarse mezclando primeramente en seco los polímeros, adecuadamente en forma de virutas ó copos, y luego mezclando en húmedo la composición en un aparato de extrusión de hélice ó dispositivo similar, y extruyendo la composición fundida a través de una hilera. En la mezcla fundida el poliester, se dispersa en la poliamida en un estado de fina. Esta dispersión se consigue normalmente sometiendo la mezcla fundida a un esfuerzo cortante elevado en el aparato de extrusión ó dispositivo análogo, y obligando al producto resultante a pasar a través de una serie de tamices, un lecho ó capa de arena o un filtro fino análogo. La dispersión fundida se somete a continuación a la extrusión a través de la hilera en una zona fría, en la que el producto extrusionado se solidifica en forma de filamentos. La zona de enfriamiento, normalmente, está constituida por un trayecto prolongado en el que la temperatura y la humedad se controlan cuidadosamente. Se dispone un rodillo de toma para el arrollamiento de los filamentos al final del trayecto.
5. Los filamentos se reúnen normalmente entre sí en forma de hebras que luego pueden someterse a una operación de estirado, para mejorar sus propiedades físicas. La operación de estirado, se realiza generalmente mediante la extensión de las hebras a una temperatura inferior al punto de fusión de cualquier componente de las mismas y propor-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

343530



- debajo de la cara de la hilera, constituyen un problema que resulta especialmente molesto en la hilatura de filamentos. El problema de las goteras en la filatura de mezclas poliéster-poliámidas resulta de una especial molestia cuando se utiliza un dispositivo de extrusión, en el aparato de mezcla en húmedo, para la alimentación de más de una hilera, a rín de utilizar el dispositivo de extrusión con la máxima eficiencia. Ha resultado extremadamente difícil con mezclas poliéster-poliámidas, para aumentar los ritmos de producción por este procedimiento. En muchos casos se ha observado que es satisfactorio el trabajo del aparato de expulsión en una posición, y que sin embargo existen goteras excesivas cuando se utiliza dicho aparato en una ó más posiciones distintas.
- 5.
- 10.
15. Además, durante la operación de estiraje, pueden desarrollarse en la hebra roturas ó arrollamientos. Una rotura es la ruptura de la hebra en la zona de estiraje. Esto requiere una interrupción y reiniciación de toda la operación de estirado. Un arrollamiento se produce cuando uno o más, pero no todos, los filamentos de la hebra, se rompen en la zona de estiraje. Los extremos próximos de los filamentos rotos se arrollan alrededor del rodillo en lugar de desplazarse hacia adelante en el aparato de torsión. Esta situación puede algunas veces corregirse sin interrumpir el trabajo, pero las propiedades de la hebra resultante pueden quedar perjudicialmente afectadas.
- 20.
- 25.
30. Este invento se basa en la observación de que las dificultades antes citadas pueden reducirse apreciablemente por la provisión de composiciones hilables que contengan hasta 50 partes de poliéster formador de fibras, por 100 par



- tes de composición de fibras dispersadas en una masa continua de poliamida, formadora de fibras, y que contenga de 0,05 a 0,6 partes en peso de por lo menos, un auxiliar para la filatura, análogo a la cera, de un punto de fusión superior a 100°, derivado de un compuesto acílico saturado de cadena lineal que contenga de 12 a 22 átomos de carbono en la cadena del hidrocarburo. Los auxiliares para la filatura, empleados en este invento, tienen un índice de soltura del molde superior a 25 cuando se incorporan en policapromida pura, y no ejercen efecto plastificante en la mezcla poliéster-poliamida; más específicamente, no reducen el módulo tensil de las fibras preparadas a partir de la mezcla. Los auxiliares para la filatura dotados de las características deseadas, son generalmente derivados de ácidos alifáticos grasos de cadena larga, tales como los ácidos laurico, palmítico, estearico ó behénico. Las sales metálicas, las amidas y las hidrazinas aciladas, son ejemplos típicos de auxiliares para la filatura.

- La Tabla siguiente indica una serie representativa de auxiliares para la filatura, cuya utilidad se ha comprobado de acuerdo con este invento, junto con sus puntos de fusión é índice de soltura del molde.

TABLA 1

Compuesto aditivo.	Punto de fusión del aditivo °C.	Índice de soltura del molde del aditivo
25. etilen-bis (estearamida)	143	40
metilen-bis(estearamida)	130	38
etilen-bis (behenamida)	134	42
N,N'hidrazina-bis (estearamida)	132	40
p-fenilen-bis (estearamida)	167	35
30. 1,4-fenil-estearato-estearamida	120	34

343530



	p,p'-difenileter-bis (palmitamida)	181	29
	p,p'-difenilmetil-bis(estearamida)	162	37
	p,p'-difenilmetil-bis(lauramida)	171	33
	p,p'-difenil-bis (estearamida)	223	42
5.	estearato sódico	260	42
	palmitato sódico	270	35
	estearato bórico	145	33
	estearato cálcico	148	39
	estearato de cobre	125	27
10.	estearato de litio	215	40
	estearato de magnesio	159	38
	estearato de cinc	125	32

- En el ensayo utilizado para determinar el índice de soltura del molde de los aditivos útiles en este invento, se introducen bolitas de policaproamida -que contengan, homogéneamente mezclado en ellas, 0,2 % del aditivo a ensayar- en una máquina de moldeo por inyección Van Dorn, que funcione a una temperatura de 185°C en el cilindro posterior y una temperatura de 82,2°C en el moldeo. La conducción de inyección a presión se mantiene a 77,35 kg/cm² con un período de abertura del molde de dos segundos como mínimo. La temperatura del cilindro anterior se ajusta para obtener la viscosidad de fusión necesaria para llenar el molde sin estancamiento ó sea sin películas adherentes a los bordes del artículo moldeado, producidas por escape de polímero entre las mitades del molde. El molde empleado es un disco de 5,08 cm de diámetro y 0,3175 de espesor provisto de un buzo o pistón de 1,27 cm de diámetro, montado al ras en el fondo del molde y centrado en él. El molde se fabrica de acero inoxidable. El tiempo de fusión es de dos minutos,

343530



el período de inyección, de 10 segundos, y el período de
abertura de 15 segundos. Al ensayar la propensión de una
composición al soltarse del molde, se mide la fuerza nece-
saria para desprender el disco de su molde, mediante pre-
sión neumática aplicada al buzo. Se realiza un ensayo com-
parativo en una muestra de control de la misma poliamida,
que no contenga aditivo de soltura del molde.

5.

El índice de soltura del molde, se define como la
disminución de porcentaje en la presión de desprendimiento
de la muestra en ensayo, en relación con el control.

10.

Por ejemplo, si el desprendimiento de la poliamida pura se
realiza a $7,735 \text{ kg/cm}^2$, y la presión de desprendimiento de
la muestra ensayada es de 4,2, entonces el índice de soltu-
ra del molde será de $\frac{(7,735-4,2)}{7,735} \times 100 = 45$. Por es-

15.

te método de ensayo, los auxiliares de filatura útiles en
este invento, tendrán un índice de soltura del molde supe-
rior a 25.

Al llevar a cabo el ensayo, se observan y regis-
tran las temperaturas, presiones y períodos de permanencia,
para asegurar la consistencia y capacidad de reproducción
de los resultados. Al principio de cada serie de ensayos,
la máquina de moldeo se purga con poliamida normal, pura.
Luego, el sistema se purga (corrientemente 20 a 30 veces)

20.

con el polímero en ensayo, hasta que se obtienen resultados
uniformes. Durante este período, se determinan las tempera-
turas óptimas de trabajo y la presión de inyección más apro-
piada. Después de la purga, se obtiene la media de las pre-
siones de desprendimiento de 10 moldeos consecutivos y se
registra ó admite como presión de desprendimiento de la com-
posición polímero/aditivo.

25.

30.

- 8 -
343530



Los auxiliares preferidos para las filaturas son las sales de metales alcalinos y alcalinotérreos, dado que estos compuestos son fácil y económicamente disponibles en forma prácticamente pura. El palmitato sódico y el estearato sódico, se prefieren de modo especial por lo excelentes resultados que pueden obtenerse con su uso.

5. El auxiliar elegido para la filatura, puede añadirse en cualquier momento conveniente durante la mezcla en seco ó en húmedo de la composición, o puede incorporarse a los polímeros, durante la polimerización. Puede añadirse en forma sólida ó de solución o lechada, empleando un líquido de bajo punto de ebullición que pueda eliminarse por evaporación. En el procedimiento preferido, un auxiliar de filatura en forma de partículas sólidas se mezcla con los componentes de polímero formador de fibras, durante la mezcla en seco de este último. Se añade sencillamente a la mezcla en partículas secas, y la masa completa se mezcla por agitación u otro medio adecuado. Durante la mezcla, el auxiliar de filatura se distribuye homogéneamente sobre la superficie de las partículas de polímero, asegurando con ello su distribución por igual en la composición del polímero.

10. Pueden conseguirse resultados útiles, de acuerdo con este invento, por composiciones que contengan no más de 5 partes en peso de poliéster, ó incluso menos. Sin embargo, las dificultades antes indicadas, se hacen progresivamente más molestas para concentraciones recientes de poliéster. Consecuentemente, este invento resulta especialmente útil al tratarse composiciones en las que el contenido en poliéster es de 30 partes en peso ó superior.

15. En un tipo de este invento, especialmente prefe-

343530

- rido, se utiliza un auxiliar de filatura en asociación con composiciones poliéster-poliámidas formadoras de fibras, que contengan de 10 a 50 partes en peso de poliéster formador de filamentos, dispersadas en forma de microfibras en una masa continua de 50 a 90 partes en peso de la poliámi-
5. da formadora de filamentos. La poliámi- da formadora de filamentos. La poliámi- da se caracteriza además, por no tener más del 40 % de especies de grupos ri- nales reactivas con el poliéster del producto final.
El poliéster es un ester polímero de cadena lineal, dotado
10. de una temperatura de transición a la vitrificación cuan- do se encuentra en forma amorfa, de como mínimo 50°C medi- da por análisis térmico diferencial, y más elevada que la del componente poliámi- da. La viscosidad reducida del compo- nente poliámi- da, medida a una concentración de 0,5 g de po- límero por 100 cc de solución en orto-clorofenol a 25°C es
15. del orden de 0,9 a 1,4 y la relación entre la citada visco- sidad de la poliámi- da a la viscosidad reducida del poliéster, está comprendida entre 0,9 y 2 aproximadamente. La compo- sición se mezcla generalmente en fusión y se somete a extru- sión a través de la hilera, a una temperatura de unos 260 a
20. 285°C, superior en 10 a 40°C al punto de fusión del compo- nente de punto de fusión más elevado.

- Las policaproamidas y polihexametilén adipamidas, se utilizan en tipos preferidos de este invento, aunque pue-
25. den emplearse otras poliámidas preparadas a partir de polia- midas que formen monómeros que contenga de 4 a 14 átomos de carbono. Los poliésteres preferidos incluyen los italatos de polietileno, especialmente los terentalatos de polietile- no aunque pueden emplearse otros productos de condensación de ácidos dibásicos, tales como los ácidos naftaleno-2,6 y
30.

- 10 -
343530



2,7 dicarboxílicos, y polihidroxicóholes tales como etilenglicol ó propilenglicol ó glicoles con impedimento estérico.

5. Los ejemplos siguientes aclaran este invento; los ejemplos 1, 3 y 5 son comparativos.

EJEMPLO 1.

Se emplearon nódulos de tereftalato de polietileno de las propiedades siguientes:

	Punto de fusión (por análisis térmico diferencial)	252°C
10.	Análisis del grupo final en mili-equivalentes por kg. de polímero:	
	carboxilo	55
	hidroxilo	65
	Viscosidad reducida en orto-clorofenol	0,80
	Temperatura de transición cristalina (por análisis térmico diferencial)	58°C.

15. Se emplearon nódulos de policaproamida de las propiedades siguientes:

	Punto de fusión (por análisis térmico diferencial)	222°C
	Análisis del grupo final en mili-equivalentes por kg. de polímero:	
	carboxilo	72
20.	amino	10
	Viscosidad reducida en orto-clorofenol	1,13
	Temperatura de transición cristalina (por análisis térmico diferencial)	48°C.

25. En un mezclador de volteo y durante una hora se mezcló una mezcla de 55 partes en peso de los nódulos de poliamida y 45 partes en peso de los nódulos de poliéster. La mezcla granular se secó hasta un contenido en humedad interior al 0,07 %, y luego se mezcló en húmedo a 279°C, en un aparato de extrusión de 8,89 cm de diámetro, accionado a una velocidad de unas 23,1 revoluciones por minuto para
- 30.

343530

28



obtener una presión de 267,2 kg/cm², a la salida.

La temperatura de la composición de polímero al abandonar el aparato de extrusión, era de 279°C.

- La mezcla fundida se hizo pasar a través de un
5. filtro que incluía una serie de tamices y un lecho de arena, bajo una presión de 196,9 kg/cm², a una temperatura de 265°C, y se sometió a extrusión a través de una hilera en forma de placa con 204 orificios de sección transversal
10. circular, cada uno de los cuales tenía las dimensiones siguientes: longitud 1,7526 mm; diámetro 0,4572 mm; ángulo de entrada 60°. Los filamentos resultantes descendían a través de una cámara de enfriamiento que contenía aire a 27,8°C, y una humedad relativa del 65 %, y circulaba en corrientes paralelas con los filamentos, a razón de 2,2 m³/
15. minuto. La hebra se recogía en un paquete cónico por debajo de la cámara de enfriamiento, a una velocidad de 347,7 m/minuto, y a una tensión de 35 g. Inmediatamente antes de la recogida, se aplicó un lubricante refinado a la hebra, con una captación del orden de 4,3 % sobre la
20. base del peso de la hebra. Esta, así obtenida, tiene un denier aproximado de 6.772 y una birrefringencia de 0,004.

- La hebra se sometió a continuación a una operación de estiraje haciéndola pasar a un rodillo superior de estiraje desde un rodillo ó manguito de alimentación.
25. Luego se hizo pasar, describiendo una hélice ó espira, alrededor de un pasador fijo de cerámica, de 3,81 cm de diámetro, a un calentador de superficie de contacto, a 185°C y finalmente, con 5 hélices ó espiras, alrededor de un rodillo inferior de estiraje a una velocidad periférica 5,52
30. veces superior a la del rodillo de la parte alta. La hebra

34¹²3530

28



se estiró 5,3 veces con respecto a su longitud primitiva.

La hebra a continuación se devanó en una canilla a razón de 256,2 m/minuto utilizando un cursor para darle 0,5 espiras por pulgada de torsión a la hebra. Este, así

5. obtenida, tenía las propiedades siguientes:

Denier	1279
Alargamiento final, %	14,7
Resistencia tensil final, g/denier	8,56
Resistencia a la rotura, g	10,947
Módulo tensil, g/denier	73
Contracción, %	12

10.

Durante la preparación de los 89,7 kg. de hebra, se observaron los fenómenos siguientes:

15.	Humedad condensada por hora en la hilera	2,43
	Roturas por kg. en el torcedor de estiraje	0,3
	Vueltas/kg. en el torcedor de estiraje	0,6

EJEMPLO 2.

20. El proceso de este ejemplo, es prácticamente análogo al del ejemplo 1, excepto por la presencia de estearato sódico en la composición de filatura. La comparación de los dos ejemplos indica claramente la superioridad de la composición de filatura que contiene estearato sódico.

25. Los nódulos de tereftalato de polietileno empleados, fueron iguales a los del ejemplo 1. Los nódulos de policaproamida tenían las propiedades siguientes:

	Punto de fusión (por análisis térmico diferencial)	222°C
30.	Análisis del grupo final en mili-equivalentes por kg. de polímero: carboxilo	73
	amino	18

- 13 -
343530 23



Viscosidad reducida en orto-clorofenol 1,10

Temperatura de transición cristalina
(por análisis térmico diferencial) 48°C

- Una mezcla de 55 partes en peso de los núcleos de poliamida y 45 partes en peso de los núcleos de poliéster, se mezcló con 0,2 parte en peso de estearato cálcico, en forma de polvo seco, en un mezclador de volteo, durante una hora. La mezcla granular se secó a un contenido en humedad inferior al 0,07 % y luego se mezcló en húmedo, a unos 268°C en un aparato de extrusión de 8,89 cm de diámetro que funcionaba a una velocidad de rotación de unas 25 revoluciones por minuto, para dar lugar a una presión de unos 246,12 kg/cm², en la salida. La temperatura de la composición polímera al salir del aparato de extrusión era de 278°C.
5. La mezcla fundida se hizo pasar, a través de un filtro que incluía una serie de tamices y un lecho de arena, bajo una presión de 246,12 kg/cm², y a una temperatura de 265°C y se sometió a extrusión a través de una hilera en forma de placa con 204 orificios de sección circular, cada uno de ellos de las dimensiones siguientes: 1,7526 mm de longitud; 0,4572 mm de diámetro, y un ángulo de entrada de 60°. Los filamentos resultantes circulaban hacia abajo a través de una cámara de enfriamiento que tenía aire a 27,8°C, y una humedad relativa del 65% y que circulaba en corriente paralela con los filamentos, a razón de 2,2 m³/minuto. La hebra se recogía en un paquete cilíndrico por debajo de la cámara de enfriamiento, a una velocidad de 359,29 metros por minuto, sometida a una tensión de 35 g. Inmediatamente antes de la recogida, se aplicó un lubricante refinado a la hebra, a razón de una captación del orden
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

343530



de 4,5 % sobre la base del peso de la hebra. Esta, así obtenida, tenía un denier de 6,727 y una birrefringencia de 0,003.

5. La hebra se sometió a continuación a una operación de estiraje haciéndola pasar a un rodillo superior de estiraje desde un rodillo ó manguito de alimentación. Luego se hizo pasar, describiendo una hélice ó espira, alrededor de un pasador fijo de cerámica de 3,81 cm de diámetro, a la superficie de contacto de un calentador a 185°
10. y, finalmente, con 5 vueltas, ó espiras, alrededor de un rodillo inferior de estiraje a una velocidad periférica 5,58 veces superior a la del rodillo de la parte alta. La hebra estiró 5,38 veces con respecto a su longitud primitiva.

15. La hebra, a continuación se devanó en una canilla a razón de 256,2 metros/minuto utilizando un cursor, para darle una torsión de 0,02 vueltas/mm. La hebra así obtenida, tenía las propiedades siguientes:

	Denier	1257
	Alargamiento final, %	15,6
20.	Resistencia tensil final, g/denier	8,67
	Resistencia a la rotura, g	10,892
	Módulo tensil, g/denier	77
	Contracción, %	12

25. Durante la preparación de los 89,7 kg. de hebra, se observaron los fenómenos siguientes:

Humedad condensada por hora en la hilera	0,47
Rotura por kg. en el torcedor de estiraje	0,022
Vueltas/kg. en el torcedor de estiraje	0,044

343530



EJEMPLO 3.

Los núcleos de tereftalato de polietileno empleados, fueron iguales a los del ejemplo 1. Los núcleos de policapromida tenían las propiedades siguientes:

- 5. Punto de fusión (por análisis térmico diferencial) 222°C
- Análisis del grupo final en mili-equivalentes por kg. de polímero:
 - carboxilo 71
 - amino 13
- 10. Viscosidad reducida en ortoclorofenol 1,0
- Temperatura de transición cristalina (por análisis térmico diferencial) 45°C.

- Una mezcla de 55 partes en peso de los núcleos de poliamida y 45 partes en peso de núcleos de poliéster,
- 15. se mezcló en un mezclador de volteo, durante una hora. La mezcla granular se secó hasta un contenido en humedad interior al 0,039 % y luego se mezcló en húmedo a 275°C en un aparato de extrusión de 8,89 cm. de diámetro impulsado a una velocidad rotacional de unas 23,5 revoluciones por minuto,
- 20. para obtener una presión de unos 210,96 kg/cm², en la salida. La temperatura de la composición polímera al salir del aparato de extrusión, era de 275°C.

- La mezcla fundida se hizo pasar a través de un filtro que incluía una serie de tamices y un lecho de arena,
- 25. bajo una presión de 203,93 kg/cm² a una temperatura de 265°C y se sometió a extrusión a través de una hilera en forma de placa con 204 orificios de sección circular, cada uno de ellos de las dimensiones siguientes: 1,7526 mm de longitud; 0,4572 mm de diámetro, con un ángulo de entrada de 20°.
- 30. Los filamentos resultantes circulaban en dirección

- 16 -
343530



JUL. 1951

- descendente a través de una cámara de refrigeración que tenía aire a 27,8°C y a una humedad relativa de 65 % circulando en corrientes paralelas con los filamentos, a razón de 2,2 m³/minuto. La hebra se recogía en un paquete cilíndrico, por debajo de la cámara de refrigeración a una velocidad de 359,9 m/minuto, bajo una tensión de 35 g. Inmediatamente antes de la recogida, se aplicó un lubricante refinado a la hebra, a razón de una captación del orden de 4,4 % sobre la base del peso de la hebra. Esta, así obtenida, tenía un denier aproximado de 6.712 y una birrefringencia de 0,002228.
- 5.
- 10.

- La hebra se sometió a continuación a una operación de estiraje haciéndola pasar a un rodillo superior de estirado, desde un rodillo ó manguito de alimentación.
- 15.
- 20.
- El hilo se estiró a 5,38 veces su longitud inicial.

- La hebra, a continuación se devanó en una canilla a razón de 256,2 m/minuto, utilizando un cursor, para darle una torsión de 0,02 vueltas por m. La hebra, así obtenida,
- 25.
- tenía las propiedades siguientes:

Denier	1260
Alargamiento final, %	15,9
Resistencia tensil final, g/denier	8,3
30.	Resistencia a la rotura, g/ 10,458

- 17 -
343530

28 JUL 1960

Módulo tensil, g/denier 84

Contracción, % 11

Durante la preparación de los 39,4 kg de hebra, se observaron los fenómenos siguientes:

5. Humedad condensada por hora en la hilera 3,00
el
Roturas por kg. en/torcedor de estiraje 0,1
Vueltas/kg. en el torcedor de estiraje 0,8

EJEMPLO 4.

10. El proceso de este ejemplo es prácticamente análogo al ejemplo 3, excepto por la presencia de palmitato sódico con la composición de filatura.- La comparación de los resultados de los dos ejemplos acusa claramente la superioridad de las composiciones de filatura que contienen palmitato sódico.

15. Los nódulos de tereftalato de polietileno usados eran idénticos a los del ejemplo 1.

Los nódulos de poliacapromida tenían las propiedades siguientes:

20. Punto de fusión (por análisis térmico diferencial) 222°C
- Análisis del grupo final en mili-equivalentes por kg. de polímero: carboxilo 79
amino 13
- Viscosidad reducida en ortoclorofenol 1,0
25. Temperatura de transición cristalina (por análisis térmico diferencial) 45°C

30. Una mezcla de 55 partes en peso de nódulos de poliamida y 45 partes en peso de nódulos de poliéster, se mezclaron entre sí con 0,1 parte en peso de palmitato sódico como polvo seco, en un mezclador de volteo, durante



343530

28 JUL 1951

5. una hora. La mezcla granulada se secó hasta un contenido en humedad inferior a 0,039 % y luego se mezcló en estado de fusión a 275°C en un aparato de extrusión de 8,89 cm, de diámetro accionado a una velocidad rotacional de unas 26 revoluciones por minuto, para producir una presión de alrededor de 203,93 kg/cm², en la salida. La temperatura de la composición polimera al abandonar el aparato de extrusión, era de 275°C.

10. La mezcla fundida se hizo pasar a través de un filtro que incluía una serie de tamices y un lecho de arena, bajo una presión de 161,74 kg/cm², a una temperatura de 275°C y se sometió a extrusión a través de una hilera en forma de placa con 204 orificios de sección transversal circular, y cada uno de ellos de las dimensiones siguientes:

15. 1,7526 mm, de longitud; 0,4572 mm, de diámetro; ángulo de entrada 20°. Los filamentos resultantes circulaban en dirección descendente a través de una cámara de refrigeración que contenía aire a 27,8°C y a una humedad relativa del 65 % circulando en corrientes paralelas con los filamentos,

20. a razón de 2,2 m³/ minuto. La hebra se recogía en un paquete cilíndrico, por debajo de la cámara de refrigeración, a una velocidad de 344,65 m/minuto, bajo una tensión de 35 g. Inmediatamente antes de la recogida, se aplicó un lubricante refinado a la hebra, a razón de una captación del 4,5 % con respecto al peso de la hebra. Esta, así obtenida, tenía un denier de 7026 aproximadamente, y una birrefringencia de 0,0014.

30. La hebra se sometió a continuación a una operación de estiraje haciéndola pasar a un rodillo superior de estirado, desde un rodillo o manguito de alimentación.



343530

28 JUL 1962

Viscosidad reducida en orto-clorofenol 0,80

Temperatura de transición cristalina (por análisis diferencial) 58°C.

Se emplearon núculos de policaprocámidas de las

5. propiedades siguientes:

Punto de fusión (por análisis térmico diferencial) 222°C

Análisis del grupo final en mili-equivalentes por kg. de polímero: carboxilo 77 amino 5

10. Viscosidad reducida en orto-clorofenol 1,09

Temperatura de transición cristalina (por análisis diferencial) 48°C.

Una mezcla de 55 partes en peso de núculos de poliamida y 45 partes en peso de núculos del poliéster, se mezcló en un mezclador de volteo, durante una hora. La mezcla granular se secó hasta un contenido en humedad interior al 0,033 %, y luego se mezcló en húmedo a 274°C, en un aparato de extrusión de 8,89 cm, de diámetro, impulsado a una velocidad rotacional de 18,7 revoluciones por minuto para obtener una presión de unos 210,96 kg/cm² en la salida. La temperatura de la composición polimérica al salir del aparato de extrusión, era de 275°C.

La mezcla fundida se hizo pasar a través de un filtro que incluía una serie de tamices y un lecho de arena, bajo una presión de 246,12 kg/cm², a una temperatura de 265°C, y se sometió a extrusión a través de una hilera en forma de placa, con 204 orificios de sección transversal circular, cada uno de ellos de las dimensiones siguientes: 1,7526 mm, de longitud; 0,4572 mm, de diámetro, y un



343530

- ángulo de entrada de 20°. Los filamentos resultantes circulaban en dirección descendente a través de una cámara de refrigeración que contenía aire a 27,8°C y una humedad relativa de 65 %, circulando en corrientes paralelas con los filamentos, a razón de 2,2 m³/minuto. La hebra se recogía en un paquete cilíndrico, por debajo de la cámara de refrigeración, a una velocidad de 359,9 m/minuto, bajo una tensión de 35 a 45 g. Inmediatamente antes de la recogida, se aplicó un lubricante refinado a la hebra, a razón de una captación del orden de 4,5 % sobre la base del peso de la hebra. Esta, así obtenida, tenía un denier 6665 aproximadamente, y una birrefringencia de 0,0043.
- 5.
 - 10.

- La hebra se sometió a continuación a una operación de estiraje, haciéndola pasar a un rodillo superior de estirado, desde un rodillo ó manguito de alimentación, para impedir el deslizamiento de aquella. Luego se hizo pasar, describiendo una hélice o espira alrededor de un pasador fijo de cerámica, de 3,81 cm, de diámetro, a la superficie de contacto de un calentador a 185°C y, finalmente, con 5 vueltas ó espiras, alrededor de un rodillo inferior de estiraje asociado, a una velocidad periférica de 5,48 veces superior a la del rodillo de la parte alta, con lo cual la hebra se estiró 5,23 veces con respecto a su longitud inicial.
- 15.
 - 20.

- La hebra a continuación, se devanó en una canilla a razón de 256,2 m/minuto utilizando un cursor, para darle una torsión de 0,02 vueltas por mm. La hebra así obtenida, tenía las propiedades siguientes:
- 25.

30.	Denier	1265
	Alargamiento final, %	14,5

34-3530

28 JUL. 1967

Resistencia tensil final, g/ denier	8,73
Resistencia a la rotura, g.	11,043
Módulo tensil, g/denier	75
Contracción, %	12

5. Durante la preparación de los 788,7 kg de hebra, se observaron los fenómenos siguientes:

Humedad condensada por hora en la hilera	0,375
el	
Roturas por kg. en/torcedor de estiraje	0,16
Vueltas/kg. en el torcedor de estiraje	0,25

10. EJEMPLO 6.

- El proceso de este invento es prácticamente igual al del ejemplo 5, excepto que en este ejemplo se emplea 0,10 % de estearato sódico como auxiliar de filatura, y el aparato de extrusión se utiliza para alimentar dos posiciones. Al comparar los resultados, debe observarse que la humedad condensada por hora en los ejemplos 5 y 6 son prácticamente las mismas. Sin embargo, la producción por hora en el ejemplo 6 es de 29,63 kg/hora, mientras que la del ejemplo 5 es de 14,813 kg/hora. Resulta por tanto evidente el empleo del auxiliar para la filatura, de acuerdo con este invento, permite la filatura de mezclas poliéster-poliámidas a un ritmo mucho más elevado, sin afectar perjudicialmente a la humedad condensada por hora que, con anterioridad, no se había conseguido.

25. Los nódulos de tereftalato de polietileno eran iguales a los empleados en el ejemplo 5.

Los nódulos de policaprolactamida, tenían las propiedades siguientes:

30. Punto de fusión (por análisis térmico diferencial) 222°C

- 23 -
343530



28 JUL 1951

Análisis del grupo final en
mili-equivalentes por kg. de
polímero: carboxilo 70
amino 17

Viscosidad reducida en orto-
clorofeno 1,04

5. Temperatura de transición cris-
talina (por análisis térmico
diferencial) 48°C

Una mezcla de 55 partes en peso de los nódulos

de poliamida y 45 partes en peso de los nódulos de poliester,
con 0,10 parte en peso de estearato sódico se mezcló en un

10. mezclador de volteo, durante una hora. La mezcla granular
se secó hasta un contenido en humedad interior de 0,035 %
y luego se mezcló en estado de fusión a 274°C en un aparato

de extrusión de 8,89 cm, de diámetro impulsado a una ve-
locidad rotacional de 30 rpm aproximadamente para obtener

15. una presión de 210,96 kg/cm² aproximadamente, en la salida.
La temperatura de la composición polímera al salir del apa-
rato de extrusión, era de 275°C.

La mezcla fundida se hizo pasar a través de un

filtro que incluía una serie de tamices y un lecho de are-
na, bajo una presión de 246,12 kg/cm² a una temperatura de

20. 265°C y se sometió a extrusión a través de una hilera en
forma de placa con 204 orificios de sección transversal cir-
cular, cada una de las dimensiones siguientes: 1,7526 mm,

de longitud; 0,4572 mm, de diámetro, con un ángulo de entra-
da de 20°C. Los filamentos resultantes circulaban en direc-
ción descendente a través de una cámara de refrigeración,

25. que contenía aire a 27,8°C y una humedad relativa del 65 %,
circulando en corrientes paralelas con los filamentos, a
razón de 2,2 m³/minuto. La hebra se recogía en un paquete

cilíndrico, por debajo de la cámara de refrigeración, a una

30. velocidad de 2,2 m³/minuto. La hebra se recogía en un paquete
cilíndrico, por debajo de la cámara de refrigeración, a una

343530

velocidad de 359,9 m/minuto, bajo una tensión de 35 a 45 g. Inmediatamente antes de la recogida, se aplicó un lubricante refinado a la hebra, a razón de una captación del orden de 4,5 % sobre la base del peso de la hebra. Esta, así obtenida, tenía un denier de 6616 aproximadamente y una birrefringencia de 0,0043.

5.

La hebra, a continuación, se sometió a una operación de estiraje, haciéndola pasar a un rodillo superior de estirado, desde un rodillo ó manguito de alimentación.

10.

Luego se hizo pasar, describiendo una hélice ó espira alrededor de un pasador fijo de cerámica, de 3,81 cm, de diámetro, a la superficie de contacto de un calentador a 135°C y, finalmente, con 5 vueltas ó espiras, alrededor de un rodillo inferior de estiraje, y asociado a una velocidad periférica de 5,56 veces superior a la del rodillo de la parte alta; la hebra se estiró 5,38 veces con respecto a su longitud inicial.

15.

La hebra a continuación se devanó en una canilla a razón de 256,2 m/minuto utilizando un cursor, para darle una torsión de 0,02 vueltas por mm. La hebra así obtenida tenía las propiedades siguientes:

20.

Denier	1257
Alargamiento final, %	14,9
Resistencia tensil final g/denier	8,89
Resistencia a la rotura, g	11,181
Módulo tensil, g/denier	79
Contracción, %	12

25.

Durante la preparación de los 788,7 kg. de hebra,

30.

se observaron los fenómenos siguientes:

343530



Humedad condensada por hora en la hilera 0,37
Rotura por kg. en el torcedor de estiraje 0,20
Vueltas/kg. en el torcedor de estiraje 0,06

EJEMPLO 7.

5. A continuación figura una lista de varios auxiliares para filatura susceptible de emplearse de acuerdo con este invento, utilizando una mezcla 30/70 de poliéster y poliamida, en la que el tereftalato de polietileno y la policaproamida empleados eran análogos a los utilizados en el ejemplo 2, y se trataron análogamente, para obtener la hebra. En cada uno de los casos se observó menos de una gota de humedad condensada por hora.

Compuesto aditivo empleado a la concentración de 0,2 partes % en peso.

- 15. etilen-bis (estearamida)
- metilen-bis(estearamida)
- etilen-bis (behenamida)
- N,N'-hidrazina-bis (estearamida)
- p-fenilen-bis (estearamida)
- 20. 1,4-fenil-estearato-estearamida
- p,p'-difenileter-bis (palmitamida)
- p,p'-difenilmetil-bis(estearamida)
- p,p'-difenilmetil-bis (lauramida)
- p,p'-difenil-bis (estearamida)
- 25. estearato sódico
- palmitato sódico
- estearato bórico
- estearato cálcico
- estearato de cobre
- estearato de litio
- 30. estearato de magnesio

estearato de cinc.

343530



EJEMPLO 8.

5. Una mezcla que contenía 30 % en peso de tereftalato de polietileno y 70 % en peso de policaproamida, cada uno de los polímeros con propiedades análogas a las de los usados en el ejemplo 2, se mezcló con cantidades variables de estearato sódico en polvo seco, en un mezclador cónico de volteo, durante una hora. La mezcla granular se secó a un contenido en humedad interior al 0,038 % y luego
10. se mezcló en estado de fusión a 265°C en un aparato de extrusión de 889 cm, de diámetro accionado a una velocidad rotacional de 23 r.p.m. para obtener una presión de unos 210,96 kg/cm² en la salida. La temperatura de la composición polímera al salir del aparato de extrusión, era de
15. 265°C,
- La mezcla fundida se hizo pasar a través de un filtro que incluía una serie de tamices y un lecho de arena, bajo una presión de 140,64 kg/cm² a una temperatura de 265°C y se sometió a extrusión a través de una hilera en forma de
20. placa con 204 orificios de sección transversal circular, cada uno de las dimensiones siguientes: 1,7526 mm de longitud y 0,4572 mm de diámetro. Los filamentos resultantes circulaban en dirección descendente a través de una cámara de refrigeración, que contenía aire a 27,8°C y una humedad
25. relativa del 65 %, circulando en corrientes paralelas con los filamentos, a razón de 1,64 m³/minuto. La hebra se recogía en un paquete cilíndrico, por debajo de la cámara de refrigeración, a una velocidad de 344,65 m/minuto, bajo una
30. tensión de 35 g. Inmediatamente antes de la recogida se aplicó un lubricante refinado a la hebra, a razón de una cap

-27-
343530



tación del orden de 4,6 % sobre la base del peso de la hebra. Esta, así obtenida, tenía un denier aproximado de 6,844 y una birrefringencia de 0,0025.

5. La hebra, a continuación, se sometió a una operación de estiraje, haciéndola pasar a un rodillo superior de estirado, desde un rodillo o manguito de alimentación, para impedir el deslizamiento. Luego se hizo pasar, describiendo una hélice o espira alrededor de un pasador fijo de cerámica, de 3,81 cm de diámetro, a la superficie de contacto de un calentador a 185°C y, finalmente, con 5 vueltas o espiras, alrededor de un rodillo inferior de estiraje a una velocidad periférica de 5,73 veces superior a la del rodillo de la parte superior. La hebra se estiró 5,40 veces con respecto a su longitud inicial.

15. La hebra a continuación se devanó en una canilla a razón de 256,2 m/minuto, utilizando un cursor, para darle una torsión de 0,02 vueltas por mm. La Tabla 3 siguiente, indica los resultados obtenidos sin estearato sódico, y con él, a cuatro niveles distintos de concentración.

20.

TABLA III

% de estearato sódico	0,0	0,1	0,3	0,4	0,6
Kgs. hilados	288,1	127,3	239,2	236,9	90,6
Humedad condensada/hora	0,98	0,0	0,19	0,13	0,15
Vueltas/kg.	0,28	0,0	0,0	0,0	0,0
Roturas/kg.	0,191	0,035	0,033	0,012	0,006
Denier	1258	1274	1265	1267	1263
Alargamiento final, %	15,5	14,8	15,1	15,2	15,3
Resistencia final, g/denier	9,75	9,50	9,46	9,20	8,55
Módulo tensil, g/denier	64,6	68,4	66,9	67,4	69,1
Kgs. estiraje	93,8	114,9	147,7	163,8	83,8



343530

La presencia de los auxiliares de filatura empleados en este invento, no afecta perjudicialmente las propiedades de los productos obtenidos.

5. Un ensayo para la propensión de puntos planos en una hebra dada, es sabido que está en relación con el verdadero resultado de la hebra en las cubiertas para automóvil reforzadas por medio de la misma. Los detalles del ensayo normal son como sigue:

Acondicionamiento de las muestras:

10. 1.- Suspender dos muestras de hebra de 50,8 cm, 840 deniers en un horno (tubo de vidrio revestido para calentar mediante vapor) que contenga nitrógeno seco.
15. 2.- Aplicar una carga de 0,5 g/d a cada muestra, y calentar el horno a 105°C; mantener esta temperatura y carga durante una hora.
20. 3.- Enfriar el horno a la temperatura ambiente y aumentar la carga a 0,75 g/d; mantener estas condiciones durante 30 minutos.
25. 4.- Calentar el horno a 105°C; mantener esta condición durante una hora.
- 5.- Enfriar el horno a la temperatura ambiente y conservar estas condiciones durante 30 minutos.
- 6.- Reducir la carga a 0,50 g/d. Calentar el horno a 105°C y mantener estas condiciones durante 16 horas.
30. 7.- Enfriar el horno a la temperatura ambiente y mantener estas condiciones durante 30 minutos.
- 8.- Calentar el horno a 105°C y mantener esta condición 20 minutos.

Las muestras acondicionadas se ensayan como sigue:

343530

- 9.- Reducir la carga en una muestra (hebra B) a 0,25 g/d, mantener durante 5 minutos y luego enfriar el horno a la temperatura ambiente (aproximadamente 20 minutos.
5. 10.- Aumentar a 0,5 g/d la carga en la hebra B.
Observar la longitud de la muestra al cabo de 30 segundos. El índice de puntos planos se toma como la diferencia de longitud entre dos muestras después de la reaplicación de la carga en la etapa 10, expresada en milímetros y multiplicado por 10. Al ensayar de acuerdo con este procedimiento, se comprobó que el índice de puntos planos de la hebra preparada utilizando 0,11 % en peso de estearato sódico, era de 22, y que el índice de puntos planos de una hebra preparada sin estearato sódico, era prácticamente el mismo. Esta cifra está desde luego entre los límites de capacidad de aceptación comercial.
15. El ensayo de adherencia empleado en este caso es el ensayo clásico "H" de adherencia en el que se emplea dos capas de cuerdas de la hebra a ensayar, revestidas con latex normal resorcinol-formaldehído o un poliéster adhesivo refinado y empleando caucho como substrato ó apoyo elástico-mero. En el modelo de ensayo, la fuerza en kg. se mide arrastrando, en la dirección axial, una cuerda de ensayo -desde un laminado de caucho- de una longitud de 6,35 mm de cuerda enterrada en él; dicho laminado se mantiene a 121,1°C. En la preparación del laminado de ensayo, la cuerda tratada con adhesivo se coloca entre dos espesores de material de caucho, en el molde, con la cuerda sometida a una tensión de 50 g. El conjunto combinado se vulcaniza a continuación en la prensa durante 30 minutos a 135,8°C,
- 20.
- 25.
- 30.



343530

5. bajo una carga de 17,50 kg/cm². Cuando se ensaya de acuerdo con el procedimiento que acaba de citarse, se observa que dentro del grado de confianza del método, los valores de adherencia de las hebras preparadas por los procedimientos de los ejemplos 5 y 6, son equivalentes.

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; también se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica, con fecha 29 de Julio de 1966 bajo el nº 568.725, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE FIBRAS POLIAMIDICAS, caracterizándose por lo siguiente:

20. 1.- Procedimiento de obtención de fibras poliamídicas, caracterizado porque comprende la filatura de una composición poliamídica formadora de fibras que contenga, en ella dispersada, hasta 50 partes en peso de un poliéster formador de fibras por 100 partes en peso de composición,
25. en presencia de 0,05 a 0,6 partes en peso de un auxiliar de filatura dotado de un punto de fusión superior a 100°C, con un índice de soltura del molde superior a 25 cuando se incorpora en policapreamida pura y con un grupo acilo saturado de cadena lineal con 12 a 22 átomos de carbono en la
30. cadena de hidrocarburo, eligiéndose dicha auxiliar de fila-



tura del grupo consistente en derivados de ácidos alifáticos grasos de cadena larga, tales como los ácidos láurico, palmítico, esteárico y bohénico, sus sales de metal alcalino y alcalinotérreo, amidas ó hidracidas aciladas.

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la filatura se realiza, preferentemente, en presencia de un auxiliar de la misma elegido del grupo consistente en etilen-bis (estearamida), p,p'-difeníl-bis (estearamida), estearato de cobre, estearato de zinc, estearato sódico, palmitato potásico y esarato cálcico.

10. 3.- Procedimiento de obtención de fibras poliamídicas; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de TREINTA Y UNA hoja escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 JUL. 1967

ALLIED CHEMICAL CORPORATION.

J. GOMEZ ACEBO Y MODL
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz

