



352,854

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

a favor de:

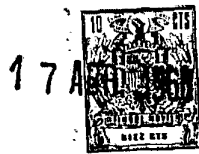
FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormalis Meister Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt/Main (República Federal Alemana), por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE POLIESTERES FORMADORES DE FIBRAS Y PELICULAS".

- - - - -

Memoria descriptiva

5 Se sabe ya fabricar poliésteres o copoliésteres lineales, formadores de fibras y películas, constituidos en su totalidad o en parte a partir de ácidos dicarboxílicos aromáticos y dioles, por transesterificación de ésteres alcohólicos inferiores de ácidos dicarboxílicos correspondientes con dioles y policondensación del "precondensado" así obtenido por calentamiento en el vacío. Ambas fases de la reacción, la transesterificación lo mismo que la policondensación, son aceleradas mucho por

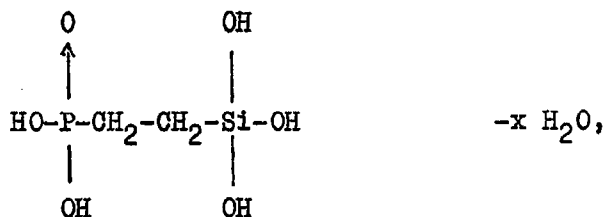


la adición de catalizadores. Se prefieren tiempos de -
10 reacción breves para evitar que, en especial a causa de las
elevadas temperaturas de policondensación, resulten activas
reacciones de rotura de la cadena y de desdoblamiento, pues
como consecuencia de las mismas se producen poliésteres que
15 tienen un grado de policondensación solamente escaso y un
color insastifactorio.

Para la fabricación de poliésteres lineales, formadores
de fibras y de películas, se conoce ya un gran número de cata-
lizadores que catalizan, ya la transesterificación, ya la poli-
condensación, o también ambas fases de reacción (véase, por
20 ejemplo, el resumen sinóptico de R. E. Wilfong, Journal of
Polymer Science, 54, 385 (1961)).

Sin embargo, estos catalizadores, por lo general, no dan
satisfacción a todas las exigencias. Un catalizador para la
fabricación de poliésteres lineales, formadores de fibras y de
25 películas, debe ser activo y no debe catalizar reacciones secun-
darias como, por ejemplo, reacciones de deshidratación o de
degradación térmica o de degradación de los poliésteres bajo
la acción de la luz. Además, los poliésteres deben poseer un
grado de blancura lo más elevado posible.

30 Se ha descubierto ahora que pueden fabricarse ventajosamen-
te poliésteres y/o copoli-ésteres lineales, formadores de fi-
bras y de películas, por la policondensación de ésteres de
ácidos bis-hidroxi-alcohol-dicarboxílicos en presencia de cata-
lizadores, si como catalizadores se emplean ésteres y/o sales
35 de compuestos de la fórmula general.



donde x significa 1,5 o un número inferior a 1,5

40 Como ésteres de ácidos bis-hidroxi-alcohol-dicarboxílicos pueden emplearse todos aquellos ésteres de ácido bis-hidroxi-alcohol-dicarboxílico cuya policondensación de poliésteres formadores de fibras y de películas. Los componentes ácidos preferidos de estos ésteres de ácido bis-hidroxi-alcohol-dicarboxílico son, por ejemplo, el ácido tereftálico, el ácido isoftálico, el ácido 4,4'-difenildicarboxílico, el ácido 2,5-dimetil-tereftálico, el ácido 5-sulfo-isoftálico, el bis-p-carboxi-fenoxietano, los ácidos naftalin-dicarboxílicos (-1,3,- 1,4, -1,5, -2,6), el ácido hexahidrotereftálico y el ácido sebácico.

50 Los componentes alcohol son dioles, con de preferencia, 2 a 10 átomos de carbono, por ejemplo dioles alifáticos como el etilenglicol, el propanodiol -1,2, el propanodiol -1,3, el butanodiol -1,4, el 2,2-dimetil-propanodiol, dioles cicloalifáticos como el ciclobutanodiol-1,2 y -1,3 y el 1,4-dimetilolciclohexano, así como dioles aromáticos alifáticos como el 1,3- y el 1,4-xililenglicol. Como componentes modificadores pueden añadirse todavía a la mezcla de policondensación compuestos que lleven tanto un grupo hidroxilo como también un grupo carboxilo libre o esterificado con un alcohol inferior, por ejemplo

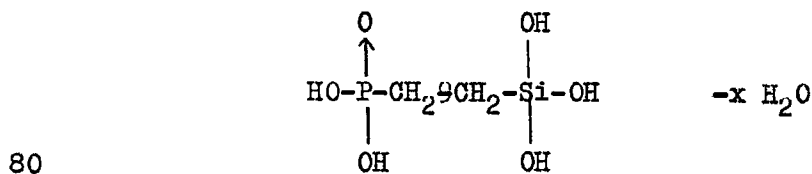
60 $\text{p-HO-C}_6\text{H}_4\text{-COOH}$, $\text{p-HO-C}_6\text{H}_4\text{-COOCH}_3$, $\text{p-HOCH}_2\text{-CH}_2\text{-O-C}_6\text{H}_4\text{-COOH}$,



así como también dioles aromáticos como, por ejemplo, la hidroquinona. La policondensación de los ésteres de ácido bis-hidroxiálcohol-dicarboxílico se realiza, como es conocido, a temperatura incrementada y a presión disminuida, pudiendo
65 añadirse, también, como es usual, pigmentos, agentes deslustradores, aclaradores ópticos, etc.

Los poliésteres lineales, formadores de fibras y de películas, pueden formarse tanto a partir de componentes de ácido dicarboxílico y de diol iguales en cada caso, como también a
70 partir de diferentes de tales componentes. Con frecuencia se fabrican aquellos poliésteres cuyas unidades de ácido dicarboxílico consisten en más del 75% de unidades de ácido tereftálico.

Como catalizadores para la policondensación de los ésteres de ácido bis-hidroxiálcohol-dicarboxílico se emplean, de acuerdo con el procedimiento del invento, ésteres y/o sales de compuestos de la fórmula
75



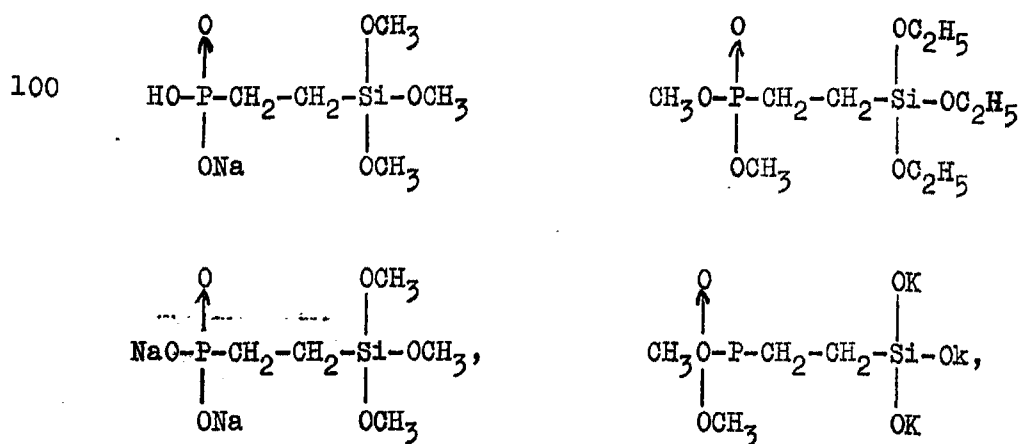
donde x significa 1,5 o un número inferior a 1,5.

La preparación de los ésteres y/o sales de los ácidos silanotriol-etanofosfónico y sus productos de condensación se realiza de acuerdo con métodos conocidos; así por ejemplo, los



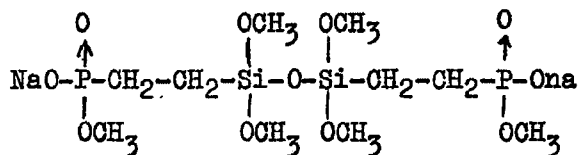
85 ésteres penta-alcohólicos pueden prepararse, de acuerdo con el procedimiento de la patente americana nº 3.122.581, a partir de un fosfito de dialcohilo y de un vinil-trialcoxisilano. Al ensayar la preparación de aquellos ésteres y sales del ácido silanotriol-etano-fosfónico que llevan en el silicio grupos hidroxilo libres, tiene lugar, con expulsión de agua, condensación de dos o más moléculas para dar productos de mayor peso molecular con formación de enlaces -Si-O-Si- ya que, como es sabido, los silanoles libres apenas tienen estabilidad alguna.

95 También es posible que en una misma molécula estén presentes sea diversos grupos de éster o grupos sal, sea grupos éster y grupos sal, sea grupos éster, grupos sal y uno o dos grupos OH libres ligados al átomo de fósforo, por ejemplo





105



110

115

120

Como catalizadores de policondensación de acuerdo con el procedimiento del invento son especialmente apropiados aquellos ésteres y/o sales del ácido silanotriol-etano fosfónico y sus productos de condensación, cuyos grupos éster contienen los restos de alcoholes alifáticos inferiores con, de preferencia, 1-4 átomos de carbono y cuyos grupos de sal contienen los iones de metales alcalinos (litio, sodio, potasio, rubidio, cesio; preferiblemente, naturalmente, sodio y potasio), como, por ejemplo, éster dietílico del ácido trimetoxisilanoetanofosfónico, éster dietílico del ácido trietoxisilanoetanofosfónico, éster dimetílico del ácido trimetoxisilanoetanofosfónico, éster di-n-butílico del ácido tri-n-butoxisilanoetanofosfónico, los productos de condensación de silanotriol-etano-fosfonato monosódico y de silano-triol-etano-fosfonato disódico.

Naturalmente, pueden emplearse también mezclas de los citados compuestos.

125

La cantidad de los derivados de ácido silanotriol-etano fosfónico que catalizan la policondensación de ésteres de ácido bis-hidroxi-alcohol-dicarboxílico en la mezcla de policondensación debe calcularse de manera que exista de 0,01 a 0,1% en peso de silicio, referida al éster de ácido bis-hidroxi-alcohol-



130 dicarboxílico; sin embargo, los límites indicados no consti-
tuyen límites rígidos y pueden rebasarse por debajo o por
arriba en grado no demasiado alto, sin influencia sobre la
buena acción catalítica. Los catalizadores líquidos o sólidos
135 finamente pulverizados se añaden a la mezcla de policondensa-
ción como tales o en solución o dispersión, de preferencia en
el diol que constituye también el componente alcohólico del
éster de ácido bis-hidroxiálcohol-dicarboxílico a condensar.

Al emplear estos nuevos catalizadores se obtienen en un
tiempo breve poliésteres de elevados grados de policondensa-
140 ción que se caracterizan por sus altos puntos de fusión, su
elevado grado de blancura y su buena estabilidad al calor y
a la luz. Se logra también un aumento considerable de la vis-
cosidad en estado fundido de los policondensados y una fuerte
disminución de la resistencia a la flexión de los hilos fa-
145 bricados a partir de los policondensados.

Ambos efectos, conjuntamente, hacen posible fabricar fi
bras que pueden trabajarse para dar tejidos que no forman boli-
tas, es decir, tejidos que, al usarlos, no tienden a la forma-
ción de nudos en la superficie.

150 Frente al empleo de los compuestos que se propusieron en
la patente española nº 315.337 como catalizadores de la poli-
condensación, el empleo de los catalizadores de policondensa-
ción de acuerdo con el presente invento consigue un efecto
todavía más pronunciado en lo que respecta al aumento de la



155 viscosidad en estado fundido, a la disminución de la tendencia
de las fibras a la formación de bolitas y, en especial de la
mejora de la tingibilidad de los hilos y fibras. Otra ventaja
del empleo de los catalizadores de policondensación de acuer-
do con el presente invento consiste en que, sin la adición
160 habitual de compuestos del fósforo trivalente, se obtienen
poliésteres con elevado grado de blancura y con buena estabi-
lidad térmica. Además, los catalizadores de acuerdo con el
invento pueden fabricarse fácilmente y, desde el punto de vis-
ta técnico, de una manera ventajosa.

165 Ejemplo 1

12 kg. de éster dimetilico del ácido tereftálico, 9 kg.
de etilenglicol y 2,4 g. de acetato de cinc se calientan con
agitación en un aparato de acero inoxidable V2A durante dos
horas y media bajo atmósfera de nitrógeno, aumentándose la
170 temperatura desde 160º a 215º. Con separación de metanol, se
forma entonces un producto de transesterificación, consisten-
te en esencia en tereftalato de bis-beta-hidroxietilo. Este
precondensado así obtenido, después de añadir 48 g. de éster
dietílico del ácido trimetoxisilanoetanofosfónico y 288 g. de
175 una suspensión, al 17% en peso, de dióxido de titanio en eti-
lenglicol, es sometido a policondensación. Para este fin, con
agitación, la temperatura es aumentada en el plazo de dos horas
desde 245º a 275º y, al mismo tiempo, la presión es rebajada
a 1 Torr. Después de otro calentamiento a 275º y 0,6 Torr



180 durante 15 minutos, el policondensado muy viscoso es extruido
a través de una hilera de un agujero, el hilo grueso obtenido
es enfriado bruscamente con agua y cortado para obtener recor-
tes de unos 5 mm. de longitud. Los recortes obtenidos poseen
un punto de ablandamiento de 260,2g y una viscosidad relativa
185 de 1,695 medida en una solución al 1% en peso en fenol-tetra-
cloroetano en la relación volumétrica de 3:2, a 25g. El poli-
condensado secado a 40 Torr durante 4 horas a 80g y durante
dos horas y media a 160g mostró, a 285g, una viscosidad en
estado fundido de 1405 poises, con una viscosidad relativa de
190 la torta fundida de 1,660. Por el contrario, un poli(terefta-
lato de etileno) que se fabricó empleando trióxido de antimonio
como catalizador de la policondensación, dió a la misma
viscosidad relativa, una viscosidad en estado fundido de solo
1045 poises.

195 Los recortes de poli(tereftalato de etileno) fabricados
con el empleo del catalizador de éster dietílico del ácido
trimetoxisilanoetanofosfónico y secados, son fundidos de nuevo
y, por medio de un extrusor, son hilados a través de una hile-
ra de 24 agujeros, con diámetro de agujero de 0,25 mm., a un
200 caudal de 19,2 g./minuto y una velocidad de retirada del hilo
de 500 m/min. a 280g.

Los hilos de 100 bobinas de hilatura se reúnen para for-
mar un cable de un título aproximado de 2.000. El cable es



205 estirado entonces en la relación de 1:4, pasando por una
 velocidad de entrada de 13,5 m. a través de una zona de tra-
 tamiento con vapor de agua de 2 m. de longitud. Después de
 pasar sobre dos hierros de planchar de 2,40 m. de largo con
 temperaturas de 100 y 118°.., el cable es conducido por sobre
210 un rodillo de preparación y, para secarlo, se conduce sobre
 un hierro de planchar de 2,40 m de largo y que se halla a
 140°. La cinta es luego rizada por el procedimiento de la
 cámara de recalcado y cortada a las longitudes de 65, 80 y
 140 mm. Las fibras cortadas así obtenidas tienen una resis-
215 tencia a la rotura de 3,2 g/den. y un alargamiento a la rotu-
 ra de 60,7%. Los valores de remisión de las fibras, medidos
 según las normas DIN 5033 con el aparato de Zeiss ELREFO y
 los filtros de medición cromática FMX - C, FMY - C, FMZ - C,
 ascendieron a:

220 Rx 76,8 Ry 75,6, Rz 72,6,

 Un jersey fabricado con estas fibras (0,4 den./75 M Nm
 40/1, 505 Z, ligamento Wevenit, paso Morat 16) no formó boli-
 tas en el aparato de prueba de la formación de bolitas Random-
 Tumble de la Atlas Electric Devices Co. (véanse normas de la
225 ASTM para materiales textiles 1.961, pág. 552 y Boletín X 96
 de la duPONT Co., de Wilmington, EE.UU.) después de hora y
 media, mientras que un tejido de comparación hecho de poli
 (tereftalato de etileno) normal formó muchas bolitas.



Ejemplo 2

230 12 kg. de éster dimetílico del ácido tereftálico, des-
pués de añadirles 0,69 g. de acetato de cinc y 2,14 g. de
acetato de manganeso-(II), se transesterifican con 9 kg. de
etilenglicol, como se ha descrito en el ejemplo 1. Después
de añadir 24 g. de éster dietílico del ácido trimetoxisila-
235 noetanofosfónico y 288 g. de una suspensión al 17% en peso de
dióxido de titanio en etilenglicol, se policondensa el produc-
to de la transesterificación. Para ello, la temperatura es
incrementada en el plazo de dos horas desde 245º a 275º y la
presión, al mismo tiempo, es disminuida a 1 Torr. Después de
240 otro calentamiento durante una hora y tres cuartos a 278º y
0,3 Torr, el policondensado es tratado para obtener recortes
como se describió en el ejemplo 1. Los recortes tienen un pun-
to de ablandamiento de 261,5º y una viscosidad relativa de
1.718, medida como en el ejemplo 1. El policondensado, como se
245 ha descrito en el ejemplo 1, es secado luego, hilado y tratado
para obtener fibras. Las fibras tienen una resistencia a la
rotura de 3,1 g./den. y un alargamiento a la rotura de 31,8%.
Los valores de remisión de las fibras, medidos según el
sistema de la norma DIN 5.033, ascendieron a:

250 Rx 77,8, Ry 67,4, Rz 73,8

Ejemplo 3

A un producto de transesterificación preparado a partir
de 12 kg. del éster dimetílico del ácido tereftálico, 9 kg.



de etilenglicol y 2,4 g. de acetato de cinc, según el ejemplo
255 1, se le añaden 288 g. de una suspensión al 17% en peso de di-
óxido de titanio en etilenglicol y una solución en un litro
de etilenglicol de 48 g. de un producto de condensación de
beta-silanotriol-etano-fosfonato disódico producido por se-
paración intermolecular de una y media moléculas de agua. Para
260 la preparación de esta solución, se disuelven en 500 ml de agua
caliente 48 g. de un condensado de beta-silanotrioleetano-fosfo-
nato disódico, se incorpora la solución en litro y medio de
etilenglicol y luego, a presión reducida, se concentra hasta 1
litro por evaporación. Este procedimiento de disolución es ne-
265 cesario ya que el condensado de beta-silanotriol-etano-fosfona-
to disódico no se disuelve directamente en el etilenglicol.

Para la policondensación, se aumenta la temperatura, con
agitación, en el plazo de dos horas, de 245 a 275° y al mismo
tiempo la presión se reduce a 1 Torr. Luego, se sigue calentan-
270 do a 275° y 0,3 Torr durante 3 horas y cuarto. Como se ha des-
crito en el ejemplo 1, el policondensado se trata para obtener
recortes. Los recortes tienen un punto de ablandamiento de
260,7°, una viscosidad relativa de 1,482 (medida como en el
ejemplo 1) y una viscosidad en estado fundido de 810 poises.
275 Por el contrario, un poli(tereftalato de etileno) normal con
la misma viscosidad relativa, tiene una viscosidad en estado
fundido de 305 poises.



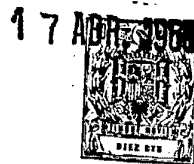
Después de secar e hilar como en el ejemplo 1 a una temperatura de hilatura de 285° y de estirar en una máquina
280 estiradora de Zinser en la relación 1:4, se obtienen hilos con una resistencia a la rotura de 2,5 g./den. y un alargamiento a la rotura de 27,1%. El número medio de roturas por doblado, determinado según K.H.Grünewald, Chemiefasern, volumen 12, pág. 853, 1962, asciende a 415, y el de una fibra
285 de poli(tereftalato de etileno) normal, con una gama de viscosidad de 1780-1840, asciende, por el contrario, a 3000-3500.

Los valores de remisión de las fibras, medidos según la norma DIN 5033, ascendieron a:

Rx 90,8, Ry 90,7, Rz 85,9

290 Ejemplo 4

Un producto de transesterificación preparado según el ejemplo 1 a partir de 12 kg. de éster dimetílico del ácido tereftálico, 9 kg. de etilenglicol y 2,4 g. de acetato de cinc, se policondensa, después de añadir 48 g. de una solución en un
295 litro de etilenglicol de un producto de condensación de beta-silantriol-etano-fosfonato disódico obtenido por separación intermolecular de una molécula y media de agua y 288 g. de una suspensión al 17% en peso de dióxido de titanio en etilenglicol. Para ello, con agitación, la temperatura es aumentada en el
300 plazo de dos horas desde 245° a 275° y, la presión, durante el mismo tiempo, es disminuida a 1 Torr. Después de otros 45 minutos de calentamiento a 0,3 Torr, el policondensado se trata



para obtener recortes de la manera descrita en el ejemplo 1. Los recortes tienen un punto de ablandamiento de 260,3^o y una viscosidad relativa de 1,472 (medida como en el ejemplo 1). La viscosidad en estado fundido ascendió a 845 poises. Por el contrario, un producto de comparación de la misma viscosidad en solución tenía una viscosidad en estado fundido de 301 poises.

Después de secar e hilar según el ejemplo 1 a una temperatura de hilatura de 285^o y de estirar en una máquina estiradora de Zinser en la relación 1:4, se obtienen hilos con una resistencia a la rotura de 2,4 g/den. y un alargamiento a la rotura de 27,1%. El número medio de roturas por doblado (véase el ejemplo 3) asciende a 245.

Los valores de remisión de las fibras, medidos según la norma DIN 5033, ascendieron a:

Rx 90,3, Ry 90,2, Rz 86,7

Ejemplo 5

A una masa fundida, calentada a 160^o de 200 g. de éster bis-beta-hidroxiílico del ácido tereftálico, seco y puro, se le añade con agitación una solución, en 25 ml. de etilenglicol, de 0,544 g. de un producto de condensación de beta-silantriol-etano-fosfonato disódico obtenido por separación intermolecular de la molécula y media de agua. Para la preparación de esta solución, se disuelve primero la sal en 50 ml.



de agua caliente, se añaden después 75 ml. de etilenglicol y finalmente, se concentra hasta 25 ml por evaporación a presión reducida.

330 Después de añadir esta solución, se calienta bajo atmósfera de nitrógeno a 250º, disminuyéndose la presión, en el plazo de dos horas y tres cuartos, gradualmente, hasta por debajo de 1 Torr. Se aumenta ahora la temperatura en el plazo de 15 minutos hasta 278º y se calienta todavía durante 4 horas a 0,3 Torr. El poliéster obtenido tiene un punto de ablandamiento de 275º y una viscosidad relativa de 1,593 (medida como en el ejemplo 1).

Ejemplo 6

340 122,4 g. de éster dimetílico del ácido tereftálico, 13,6 g. de éster dimetílico del ácido isoftárico, 108,9 g. de etilenglicol y 0,0272 g. de acetato de cinc se calientan, con agitación, en 3 horas y tres cuartos, hasta que termine el desprendimiento de metanol, desde 160 a 210º. El producto de transesterificación así obtenido se policondensa, después

345 de añadir 0,5440 g. de éster dietílico del ácido trietoxisilano-etano-fosfónico y 3,2 g. de una suspensión al 17% en peso de dióxido de titanio en etilenglicol. Para ello, se calienta primero bajo atmósfera de nitrógeno a 250º, disminuyéndose la presión, gradualmente, en el plazo de dos horas y tres cuartos,

350 hasta por debajo de un Torr. La temperatura se incrementa luego, en un tiempo breve, a 278º y, finalmente, se calienta



355 todavía durante una hora y 10 minutos a 0,5 Torr. Se obtiene un policondensado incoloro con un punto de ablandamiento de 249° y una viscosidad relativa de 1,716 (medida como en el ejemplo 1).

Ejemplo 7

360 136,0 g. de éster dimetílico del ácido tereftálico, 4,4 g. de 5-sulfonato sodico del éster dimetílico de ácido isoftálico, 108,9 g, de etilenglicol y 0,0272 g. de acetato de cinc., se calienta, con agitación, en 5 horas y cuarto, hasta que termine el desprendimiento de metanol, desde 160 a 210°. El producto de transesterificación así obtenido se policondensa como se ha descrito en el ejemplo 6. después de añadir 0,5440 g. de éster dietílico del ácido trietoxi-silano-etano-fosfónico y 3,2 g. de una suspensión al 17% en peso de dióxido de titanio en etilenglicol.

370 Después de alcanzar la temperatura de 278° se sigue calentando a 0,8 Torr durante una hora y cuarto. El policondensado incoloro tiene un punto de ablandamiento de 225° y una viscosidad relativa de 1,915 (medida como en el ejemplo 1).

Ejemplo 8

375 Un producto de transesterificación preparado según el ejemplo 1, a partir de 12 kg. de éster dimetílico del ácido tereftálico, 9 kg. de etilenglicol y 2,4 g. de acetato de cinc, se disuelve en un litro de etilenglicol y se policondensa, después de añadir 48 g. de un producto de condensación de beta-



17 ABR. 1968

silanotriol-etano-fosfonato monosódico por separación inter-
molecular de una molécula y media de agua. Para ello, se aumen-
ta primero la temperatura en el plazo de dos horas desde 245
380 a 275º y se disminuye al mismo tiempo la presión a 1 Torr.
Finalmente, se sigue calentando todavía durante 45 minutos a
275º y 0,5 Torr. El policondensado se trata para obtener re-
cortes como se ha descrito en el ejemplo 1. Los recortes
tienen un punto de ablandamiento de 260,7º y una viscosidad
385 relativa de 1,559 (medida como en el ejemplo 1).

Ejemplo 9

593 g. de éster dimetílico del ácido tereftálico, 475 g.
de etilenglicol y 0,1168 g. de acetato de cinc se calientan,
con agitación, durante 5 horas y cuarto, hasta que termina la
390 separación de metanol, desde 160 a 210º. El producto de transe-
terificación así obtenido se policondensa como se ha descrito
en el ejemplo 6 después de añadir 4,744 g. de una mezcla de
partes en peso aproximadamente iguales de la sal monosódica y
de la sal disódica de un producto de condensación del ácido
395 silanotriol-etano-fosfónico producido por separación intermo-
lecular de una molécula y media de agua, en forma de solución
a 1,5% en etilenglicol, y 13,95 g. de una suspensión al 17%
en peso de dióxido de titanio en etilenglicol. Después de al-
canzar la temperatura de 278º, se sigue calentando a 0,5 Torr



400 todavía durante una hora y 50 minutos. Se obtiene un poli-
condensado incoloro con un punto de ablandamiento de 258° y
una viscosidad relativa de 1,509 (medida como en el ejemplo 1).

Después de triturar el policondensado en un molino de
cruces de percusión, se hila el granulado con un tamaño de
405 grano de unos dos mm., después de secarlos durante 5 horas a
150° y 1 Torr, por medio de un extrusor, a 290°, a través de
una hilera de 24 agujeros con un diámetro de agujero de 0,25
mm., a un caudal de 18,3 g. y una velocidad de retirada del
hilo de 1000 m/min. Los hilos así obtenidos, después de esti-
410 rarlos en la maquina estiradora de Zinser, en la relación de
1:3,65, tienen una resistencia a la rotura de 2,4 g/den. y un
alargamiento a la rotura de 30,8%.

Resistencia a la rotura por doblado: 148 carreras.

Ejemplo 10

415 800 kg. de éster dimetílico del ácido tereftálico, 0,4 kg.
del éster trimetílico del ácido trimelítico, 660 kg. de eti-
lenglicol, 184 g. de acetato de cinc, se calientan con agita-
ción en una caldera de acero inoxidable V2A durante 4 horas
y media, hasta la terminación del desprendimiento de metanol,
420 desde 160 a 235°. A continuación se añaden 6,4 kg. de éster
dietílico del ácido trietoxisilano-etano-fosfónico disueltos
en 10 kg. de etilenglicol, agitando, y la mezcla de transesteri-
ficación se introduce bajo presión en un autoclave. Después
de añadir 3,2 kg. de dióxido de titanio en suspensión en 19 kg.



425 de etilenglicol, se expulsa por destilación el exceso de
etilenglicol y se policondensa. Para ello, agitando, en el
plazo de 45 minutos, se disminuye la presión hasta por deba
jo de 1 Torr y se aumenta la temperatura, gradualmente, a
227º. Después de calentar durante otras 3 horas y media se
430 obtiene un policondensado incoloro con un punto de ablanda-
miento de 260,4º, una viscosidad en estado fundido de 1985
poises y una viscosidad relativa de 1,560 (medida como en el
ejemplo 1).

Una fibra, preparada de manera análoga al ejemplo 1 pero
435 fijada con vapor de agua, tenia una resistencia a la rotura
de 2,6 g/den. un alargamiento a la rotura de 33,0%. una esta-
bilidad de rizado de 50,0% y una viscosidad relativa de 1,418.

Un jersey normal hecho de esta fibra (véase ejemplo 1)
mostró en el ensayo de la formación de bolitas (véase ejemplo 1)
440 un comportamiento óptimo (RPG C).

Después de fijarlo (30 segundos a 185º) este jersey , al
teñirlo con Samoronrot BL en presencia de un portador (90 mi-
nutos, 98º, 3 g/l de Remol P) dió una intensidad de color
relativa aproximadamente doble que la de un jersey de compa-
445 ración hecho de poli(tereftalato de etileno) normal: 78%
contra 35% (jersey normal, no fijado, de poli(tereftalato de
etileno = 100%).

Esta solicitud que corresponde a la depositada en Alema-
nia el día 19 de Abril de 1967, con el número F 52 183 IVd/39c,
450 se acoge a los beneficios del articulo 51 del vigente Estatuto

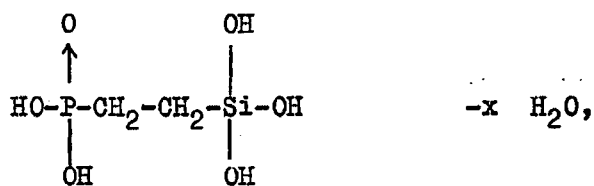


sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

455 1).- Procedimiento para la fabricación de poliésteres y/o copoliésteres formadores de fibras y películas, por la poli-condensación de ésteres de ácidos bis-hidroxialcohol-dicarboxílicos en presencia de catalizadores, -caracterizado porque, en calidad de catalizadores, se emplean ésteres y/o sales de los compuestos de la fórmula general

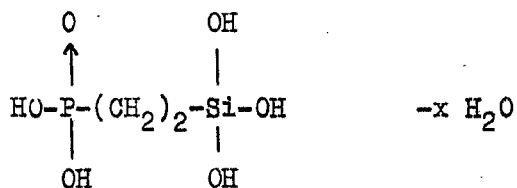
460



en la cual x significa 1,5 o un número inferior a 1,5.

465 2).- Un procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado porque como catalizadores se emplean aquellos ésteres y/o sales de los compuestos de la fórmula general

470



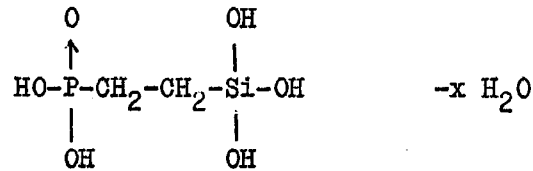
en la que x significa 1,5 o un número inferior a 1,5 cuyos grupos éster contienen los restos de alcoholes alifáticos inferiores con 1-4 átomos de carbono y cuyos grupos sal contienen los iones de metales alcalinos.

352,854

1-7-1968



3).- Un procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2)
 475 caracterizado porque los ésteres y/o sales, empleados como
 catalizadores, de los compuestos de la fórmula general



480 en la que x significa 1,5 o un número inferior a 1,5 se em-
 plean en una cantidad que corresponde a 0,01 hasta 0,1% en
 peso de silicio, referida al éster de ácido bis-hidroxiálcohol-
 dicarboxílico.

4).- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE POLIESTERES
 485 FORMADORES DE FIBRAS Y PELICULAS"

Esta memoria consta de veintiuna hojas foliadas y meca-
 nografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid 17 de Abril de 1968