

PATRONS DE INVENCIOM

Ref: Your file: 38864/EG-632-B Comb.

355586

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

Procedimiento para la producción de una tela aglutinada en forma autógena.

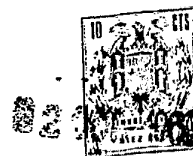
=====

*Solicitante:* MONSANTO COMPANY, entidad norteamericana, residente en 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis 66, Missouri, EE.UU. de A.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento para aglutinar en forma autógena estructuras conformadas que contienen poliamidas y, de una forma más particular, a la preparación de esterillas autoaglutinadas de filamentos de poliamida para producir telas no te-

5.



tejidas.

- Hasta el momento las estructuras no tejidas se han aglutinado mediante aglutinantes externos o reblandeciendo los filamentos con calor, disolvente o plastificante ; como
5. tiéndolas a presión mientras se hallan en estado de reblandecimiento. El aglutinante externo puede ser una sustancia adhesiva que se endurece después de su aplicación, o bien puede hacerse adhesiva después de su aplicación, empleando calor, disolvente o plastificante. Los aglutinantes exter-
10. nos pueden aplicarse en forma de polvo, soluciones, emulsiones o aún en forma de fibras; no obstante, estos métodos llevan consigo varias desventajas. El empleo de un aglutinante externo presenta problemas relativos a uniformidad de aplicación y restringe las propiedades de toda la tela a las del aglutinante. Así, por ejemplo, si se utiliza una fibra de
15. punto de fusión relativamente bajo como material aglutinante, las condiciones de temperatura a las que la tela resultante se puede someter quedan limitadas al punto de fusión de las fibras aglutinantes.
20. El aglutinamiento autógeno por los métodos anteriores a este invento no se controla con facilidad y con frecuencia tiende a alterar las propiedades estéticas de la trama. Por ejemplo, en un aglutinamiento con disolvente, resulta difícil conseguir una adherencia adecuada de los filamentos sin
25. disolver toda la trama o al menos perjudicar las propiedades físicas de la misma. Además, las intersecciones en las que se unen los filamentos tienen con frecuencia una apariencia esponjosa o muestran otras evidencias de disolución y redistribución de polímero que se conoce comúnmente como emigración del polímero. En la mayoría de los casos, estas áreas
- 30.



hinchadas alrededor de las uniones no poseen el mismo nivel de aceptación de tinte debido a los cambios habidos en la estructura cristalina localizada en el lugar de la unión produciendo un teñido carente de uniformidad.

5. El presente invento se refiere además a un procedimiento para alterar las características físicas de las estructuras conformadas de polímeros elastómeros. De una forma más particular el invento se refiere a un método para dar una forma permanente a los filamentos elásticos sintéticos.
10. Desde la aparición de filamentos elásticos, como los compuestos de elastómeros de poliuretano segmentado, estos filamentos han tenido una amplia aceptación en la manufactura de productos textiles. Debido a las características peculiares de hilatura comprendidas en la preparación de estos filamentos, se ha averiguado que, desde un punto de vista económico, resulta más ventajoso hilar filamentos de gran denier para después reducir el denier de tales filamentos.

Se han empleado diversos procedimientos en el pasado para reducir el denier de los filamentos elastómeros de elevado denier, generalmente denominado hilo "spandex". Todos estos procedimientos comprenden la operación de estirar el hilo "spandex" a una longitud predeterminada y someter el hilo a un tratamiento térmico para termofijar el hilo en su estado estirado. Estos procesos de tratamiento térmico, a menos que se regulen cuidadosamente, producen efectos perjudiciales que disminuyen la calidad del hilo. Por consiguiente, supondría una ventaja emplear un método para reducir el denier del hilo "spandex" sin aplicación de calor.
- 20.
- 25.
30. Este invento se refiere también a un procedimiento para alterar las características superficiales de las estruc



turas conformadas de polímeros.

- Se ha reconocido que los filamentos, películas y otras formas conformadas de polímeros sin modificar tienen superficies extremadamente lisas, demasiado lustrosas y transparentes para muchos usos y acabados. Además, tales superficies lustrosas dan lugar a unas características físicas de elaboración indeseables en muchos casos. Para resolver estos problemas, en la práctica industrial se han añadido colorantes como es el  $TiO_2$  a los polímeros antes de darlos forma. No obstante, la presencia de  $TiO_2$  es perjudicial, particularmente ante radiación ultravioleta con la que el  $TiO_2$  parece actuar como catalizador para la degradación de muchos materiales polímeros orgánicos. Además, cuando se trata de fibras, la naturaleza abrasiva de los colorantes contribuye al rápido desgaste de las guías y otras superficies sobre las que pasan las fibras.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se ha propuesto hacer rugosas las superficies de las fibras mediante erosión con disolventes, pero resulta difícil controlar la acción del disolvente y puede producir el deterioro indeseable de las propiedades físicas de las fibras. La uniformidad es algo difícil de conseguir con métodos que implican abrasión mecánica de las superficies y el deterioro de la resistencia física puede constituir un grave problema.
- 20.

- Reyerson y Peterson han sugerido en la Patente Estadounidense 3.075.823 el deslustramiento del filamento de nylon mediante tratamiento con gases de haluro de hidrógeno. No obstante, la experiencia ha demostrado que los gases de haluro de hidrógeno producen grandes estructuras esferulíticas sobre la superficie de los filamentos de nylon.
- 25.
- 30.



Teniendo presentes los problemas citados, el principal objeto de este invento es proporcionar estructuras de poliamida aglutinadas y mezclas de las mismas libres de agentes externos de aglutinamiento y de emigración visible de polímero en los puntos de unión.

5.

Otro objeto de este invento es aglutinar estructuras conformadas o moldeadas de poliamida libres de agentes externos de aglutinamiento en el producto final, sin alterar la geometría de las estructuras y sin acumular visiblemente un exceso de polímero en los puntos de enlace.

10.

Otro objeto más del invento es preparar estructuras de tela no tejida, autoaglutinadas, y con caída o drapado para su utilización en la confección de ropa.

15.

Un objeto adicional del invento es proporcionar un procedimiento perfeccionado para la preparación de telas de poliamida, no tejidas, autoaglutinadas, en las que el aglutinamiento es activado por una materia gaseosa que después se elimina totalmente.

20.

Otra finalidad del invento es emplear fibras de poliamida como fibras aglutinantes mezcladas con otras clases de fibras, empleando el material gaseoso para activar las propiedades de aglutinamiento de la poliamida.

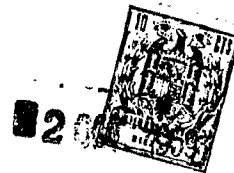
25.

Otra de las finalidades del invento es la de aglutinar gránulos de poliamida en contacto por medio de un gas activador para formar un tablero poroso.

Otro fin del invento es proporcionar un método para reducir de un modo permanente el denier de filamentos elásticos sintéticos sin termofijar dichos filamentos.

30.

Otro objeto del presente invento es efectuar un cambio permanente en el tamaño y forma de los filamentos elásticos.



ticos sintéticos como hilo "spandex" sin someter dichos filamentos a la acción perjudicial de las temperaturas elevadas.

5. Otro objeto adicional del presente invento es proporcionar un procedimiento perfeccionado para alterar las propiedades físicas de los filamentos elásticos sintéticos.

Otro objeto más del invento es proporcionar un procedimiento para dar formas permanentes a artículos moldeados o conformados elásticos sintéticos.

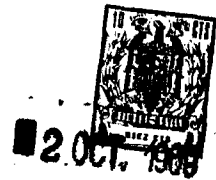
10. Otro de los objetos del invento es proporcionar un procedimiento para deslustrar superficies de estructuras moldeadas o conformadas de polímeros sin añadir colorantes y sin degradar el polímero.

15. Otra finalidad más del invento es modificar las propiedades de fricción de la superficie de las fibras en un proceso fácilmente controlado a una velocidad de verdadero valor práctico.

20. Otro de los fines del invento es proporcionar un método para impartir en ciertas materias sintéticas una aspereza general microscópica de su superficie que se caracteriza por la formación de picaduras y grietas de tamaño micrométrico.

25. Otros objetos y ventajas del presente invento y los medios para conseguirlos se pondrán de manifiesto en la descripción que sigue y en los dibujos adjuntos.

30. El presente invento comprende el aglutinamiento de dos estructuras de poliamida en contacto en sus superficies contiguas por exposición a un activador como puede ser un haluro de hidrógeno gaseoso, trióxido de azufre o trifluoruro de boro, seguido de la eliminación del gas activador. El



- gas activador puede eliminarse o deabsorberse mediante lavado en un baño de agua neutra o ligeramente básica o con una base como es el amoníaco en estado gaseoso o mediante calentamiento a temperaturas superiores a  $90^{\circ}\text{C}$ . El cloruro de hidrógeno es el gas activador preferido por su mayor velocidad de absorción y deabsorción y comparativa facilidad de manejo. De preferencia, el gas activador se deberá mantener a una temperatura de aproximadamente  $20$  a  $25^{\circ}\text{C}$  para obtener unas condiciones uniformes de tratamiento y comodidad de manejo aunque el aglutinamiento puede realizarse a temperaturas sensiblemente superiores o inferiores. La velocidad de absorción se halla en función a la temperatura, teniendo lugar una absorción más rápida a temperaturas elevadas, o sea a temperaturas superiores a los  $0^{\circ}\text{C}$ . No obstante, se ha descubierto que la cantidad de gas activador absorbido disminuye con el correspondiente aumento de temperatura hasta un punto en que no se produce absorción alguna cuando la temperatura excede de aproximadamente  $110^{\circ}\text{C}$ .

- A pesar de que las soluciones acuosas de cloruro de hidrógeno (ácido clorhídrico) o trióxido de azufre (ácido sulfúrico) son disolventes conocidos de muchas poliamidas, el cloruro de hidrógeno o trióxido de azufre puros y sensiblemente ionizados no son disolventes, por lo que el proceso de este invento puede llevarse a cabo en condiciones totalmente anhidras, lo que indica que el proceso de aglutinamiento no depende de la disolución y reprecipitación del polímero. Otros polímeros distintos a las poliamidas que son también solubles en el ácido clorhídrico o sulfúrico no experimentan esta reacción de aglutinamiento cuando se ven sometidos a la acción del cloruro de hidrógeno o trióxido de azufre



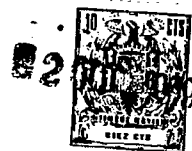
gaseoso según las técnicas de este invento.

- Para obtener esta reacción de aglutinamiento las estructuras deberán estar en contacto. Cuando se trata de dos filamentos intersectándose podría resultar conveniente poner los filamentos en tensión. Por ejemplo, en una trama de filamentos, la tensión podría conseguirse estirando los filamentos entremezclados después de haberse formado la trama, o sometiendo dicha trama a presión. El prensado de la trama puede realizarse antes o después de su exposición a la acción del activador. En la práctica, supone una ventaja el prensado previo porque así no se necesita exponer el equipo de prensado a la acción del gas activador. No obstante el prensado ulterior tiene la ventaja de dar una mayor resistencia a la trama debido al aumento de presión impuesto a las intersecciones de los filamentos.

- Se ha hecho el descubrimiento de que los polímeros que se pueden autoligar bajo la influencia de un activador tienen en común en su estructura el grupo  $\text{-NHCO-}$ . Con el fin de mostrar esta propiedad de aglutinamiento, el polímero necesita una concentración adecuada de estos grupos que se hallen accesibles y unidos a grupos que no alteren desfavorablemente su basicidad. Se ha averiguado que las poliamidas que contienen algunos grupos aromáticos experimentarán esta reacción de aglutinamiento pero ciertas poliamidas totalmente aromáticas no experimentan la reacción pese a sus concentraciones de grupos  $\text{-NHCO-}$  comparables a las de la polihexametilen adipamida (nylon 66) que se aglutina muy fácilmente. Esto puede deberse a la rigidez de la estructura o al efecto producido por los anillos aromáticos sobre la basicidad del grupo amida o por una combinación de estos efectos.



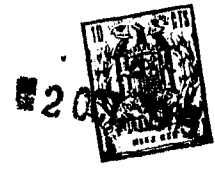
- A pesar de que no se comprende totalmente el mecanismo del aglutinamiento, se cree que se basa en la disrupción de enlaces de hidrógeno entre las cadenas polímeras por formación de un complejo con el grupo amida. En la técnica de los polímeros, se sabe bien que muchas de las propiedades físicas de las poliamidas dependen con mucho de los enlaces intermoleculares de hidrógeno entre grupos  $-CO-$  y  $-NH-$  en las cadenas polímeras adyacentes. Los enlaces forman reticulaciones entre las cadenas moleculares, aumentando aquellas propiedades como son los puntos de fusión y resistencias a la tracción. Cuando se rompen estos enlaces por la acción del activador, las cadenas polímeras de la estructura se vuelven más flexibles y tienden a desplazarse para liberar el esfuerzo causado por la tensión o presión sobre la estructura. La formación de complejo es reversible y cuando el activador es deabsorbido, se reforman los enlaces de hidrógeno. En la posición cambiada de las cadenas polímeras, se forman muchos de los nuevos enlaces entre cadenas de dos estructuras diferentes. Las fotomicrografías de secciones transversales de los filamentos aglutinados por este procedimiento muestran una estructura homogénea en el lugar de la unión sin indicación de límites entre los dos filamentos. Esta teoría tiene un apoyo adicional en el hecho de que los polímeros de autoligazón no pueden enlazarse con polímeros que no sean autoaglutinantes en las condiciones de este procedimiento. No obstante se pueden aglutinar entre sí dos poliamidas diferentes que sean autoaglutinantes. El aglutinamiento puede realizarse con tiempos de exposición que pueden variar de 1 segundo a varios minutos, dependiendo de la composición y estructura de los materiales que se han de aglu-
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



- tinari. Se ha conseguido un aglutinamiento eficaz con concentraciones de HCl en mezclas del 100 % al 25 % con aire. Mediante la regulación del tiempo de exposición, se puede controlar fácilmente la profundidad de penetración del gas en los filamentos individuales y limitarse a la profundidad necesaria para obtener el aglutinamiento que se desee. En la práctica, se ha conseguido un buen aglutinamiento con penetraciones de tan solo el 5 % del área de sección transversal de los filamentos, pero es preferible una penetración del orden del 20 al 50 %. El tiempo óptimo de exposición varia con la composición del polímero, la concentración del gas activador, el diámetro del filamento y el tratamiento físico al que pudiera haberse sometido previamente a los filamentos. En general, los filamentos de fino denier, a causa de su mayor área superficial por unidad de peso, necesitarán un tiempo menor de exposición que el que se necesitaría con filamentos de denier más grueso con la misma composición de polímero. Asimismo, se ha observado que los filamentos recién hilados que no han sido estirados necesitan generalmente menos tiempo de exposición que los filamentos estirados.

Los tiempos prolongados de exposición tienden a reducir la resistencia a la tracción de los filamentos probablemente debido a una profundidad de penetración que permite un sensible aumento de orientación.

- La deabsorción del gas activador puede conseguirse a temperatura ambiente lavando las fibras con agua o con una solución acuosa muy diluida de una base o con una base gaseosa como es el amoniaco, o bien puede conseguirse en condiciones completamente anhidras mediante la aplicación de calor. Este último método ofrece la ventaja de una recuperación más



simple del gas activador. Las temperaturas necesarias para la deabsorción simple del gas activador. Las temperaturas necesarias para la deabsorción se hallan muy por bajo de las temperaturas de reblandecimiento o fusión de los polímeros y, por consiguiente, no alteran las propiedades físicas de las estructuras polímeras.

Para obtener una mejor idea del presente invento se pueden tomar como referencia los dibujos adjuntos en los que:

La figura 1 es una fotografía con una ampliación de 200 veces el tamaño de dos filamentos de 15 denier aglutinados entre sí según el procedimiento de este invento para ilustrar la apariencia uniforme de las fibras en su punto de entrecruzamiento.

La figura 2 es una fotografía con un aumento de 200 veces el tamaño de 2 filamentos de 15 denier similares a los de la figura 1, pero que se aglutinaron mediante un disolvente comercial para ilustrar los glóbulos muy notables producidos por la emigración del polímero en el punto de intersección de los filamentos aglutinados.

La figura 3 es una fotografía con un aumento de 280 veces el tamaño de una trama de filamentos de 2 denier dispuestos de una forma caótica que se han aglutinado a menos de la mitad de los puntos de intersección para ilustrar que las intersecciones aglutinadas no se distinguen a simple vista de las que no se hallan aglutinadas; y

La figura 4 es una fotografía con un aumento de 280 veces de la sección transversal de dos filamentos de nylon unidos entre sí con la absorción y deabsorción de gas de cloro de hidrógeno según el procedimiento del presente invento. Esta fotomicrografía se obtuvo empleando un microscopio



de contraste de fase para que se pudieran detectar las pequeñas diferencias en los índices de refracción. Se verá que las áreas exteriores de los filamentos son mas ligeras y por tanto poseen menos orientación.

- 5. Las tramas fibrosas aglutinadas por este procedimiento se caracterizan por una estructura en la que las intersecciones aglutinadas no se distinguen visiblemente de las fibras entrecruzadas no aglutinadas aún con aumento de 280X según se ilustra en la figura 3. No existe una emigración visible de polímero como ocurre con los procedimientos de aglutinamiento por disolvente. Esta notable distinción se ilustra claramente en las figuras 1 y 2.

- 10. Otra característica importante de las tramas fibrosas aglutinadas por la técnica de este invento es el hecho de que se puede obtener un aglutinamiento fuerte y flexible con menos de una micra de penetración del gas activador según se indica en la figura 4, que ilustra la naturaleza del aglutinamiento entre dos filamentos de nylon y la profundidad superficial penetrada por el activador gaseoso.

- 15. Las tramas aglutinadas se caracterizan además por la retención de un elevado porcentaje de flexibilidad de una trama sin aglutinar al par que posee una resistencia a la tensión muy aumentada. Se han preparado muestras en las que los aumentos sensibles de resistencia a la tracción han ido acompañados por solo ligeros aumentos en longitud de flexión (Medida inversa a la capacidad de drapeado ó caída). La orientación general de los filamentos en las tramas no se ve notablemente alterada por el proceso de aglutinamiento y la capacidad de absorción de tinte permanece uniforme por toda la trama.
- 20.
- 25.
- 30.



En la modalidad de preferencia de este invento, el aglutinamiento de trama se realiza en un proceso de elaboración continua. Los filamentos recién hilados son atenuados por un chorro de aire y forman una trama caótica sobre una cinta perforada en movimiento. La trama se lleva entonces a una cámara por la que se hace pasar el gas activador. Después de su exposición a la acción del gas, la trama se hace pasar a una segunda cámara en la que se deabsorbe el gas activador bien mediante un baño neutro ó mediante aplicación de calor. Si la deabsorción se realiza mediante lavado, la trama se hace pasar a una cámara de secado. No es esencial que las tramas de este invento se compongan de filamentos de poliamida sólomente. Se pueden mezclar otras fibras que sean químicamente inertes al gas activador con filamentos de poliamida para obtener telas que tengan propiedades físicas diferentes. Las tramas se pueden preparar a partir de filamentos continuos de poliamida y al menos otra materia formadora de filamentos que se hila simultáneamente con los filamentos de poliamida. Estas materias formadoras de filamentos comprenden materiales sintéticos como son los filamentos de poliésteres, acrílicos, de poliolefinas y elastómeros como son los filamentos spandex y artificiales tales como el rayón y el acetato. Si se desea, las tramas pueden prepararse mediante métodos conocidos de mezcla de fibras cortadas a partir de mezclas de fibras cortadas que comprendan las materias citadas y también fibras naturales como son el algodón y la lana. La formación de tramas con fibras cortadas puede realizarse en máquinas Rando-Webber ó máquinas normales de cardar para formar tramas de una sola capa ó de capas múltiples y tramas de capas transversales que se pueden formar mediante los mé-

2 OCT 1959



- todos conocidos. El entrecruzamiento ó enmarañamiento de las fibras que comprenden la trama puede conseguirse mediante punzonamiento con agujas para producir una densificación de las fibras si así se desea. Cuando estas tramas que contienen un componente de fibras de poliamida se exponen a la acción del gas activador, las fibras de poliamida se aglutinan entre sí de forma que el resto de las fibras se sujetan entre sí por trabazón física. La trabazón permite no obstante un movimiento limitado de las fibras sin aglutinar que produce una mejor flexibilidad. Según cabría esperar, la resistencia de las tramas aglutinadas de las telas disminuye con el aumento del porcentaje del contenido en fibras de poliamida en la mezcla.

- Los ejemplos específicos que siguen ilustran filamentos aglutinantes de varias composiciones de poliamida y diversas estructuras de trama, pero con ello no se pretende limitar el alcance de este invento.

- El término "eficacia de aglutinamiento" se utiliza para describir la resistencia de la trama aglutinada con relación a la resistencia de las fibras con las que se hace dicha trama. Se mide dividiendo la resistencia a la ruptura de un trozo de trama de 12,7 cm de longitud y 2,54 cm de ancho por la resistencia a la ruptura de una longitud teórica de cero centímetros de trama. Este último valor se determina experimentando la resistencia a la ruptura con las mordazas de la máquina de pruebas de resistencia dispuestas a una distancia cero ("Medida cero"). En esta determinación, se supone que a una separación de cero, las fibras individuales quedarán agarradas por ambas mordazas de la máquina de pruebas de tensión, y que la resistencia a la ruptura será la del



12087

agregado de fibra. Se supone además que una separación de mordaza de 12,7 cm, las fibras individuales no quedarían cogidas por ambas mordazas, y la resistencia de la trama reflejará principalmente la resistencia de los aglutinamientos.

5. En principio esta indicación de la resistencia de aglutinamiento ó resistencia de adherencia se basa en los describimientos de R.I.C. Michie según se informa en el Textile Research Journal 33, Nº 6, 403-411 (Junio 1963). La prueba de resistencia a la tracción con separación cero ha sido reconocida durante mucho tiempo como un medio para determinar la contribución de las fibras a la resistencia de una trama de papel, W. A. Wink y R.H. Van Eperen, TAPPI 45, Nº 1, 10-24 (1962).

15. El término "Relación de comportamiento" se utiliza para describir las propiedades combinadas de resistencia y drapeado. Es la relación de resistencia a la ruptura en kilogramo por cm de ancho de trama a su longitud de flexión en centímetros. La longitud de flexión se determina según la prueba ASTM D 1388-55T. Esencialmente es la mitad de la longitud de tela sin sustentación necesaria para flexar bajo su propio peso desde el plano horizontal para hacer contacto con un ángulo de declinación de  $41,5^{\circ}$  de inclinación desde el punto de partida de contacto. Así, cuando más drapeado tenga la tela, tanto mas corta será la longitud de flexión.
20. Puesto que ambas características de elevada resistencia y capacidad de caída ó drapeado contribuyen a un elevado valor, una relación elevada de comportamiento es una característica deseable de una tela no tejida.

25. Otros objetos de este invento se consiguen alterando las características físicas de los filamentos elásticos sin-



- téticos compuestos por un elastómero de poliuretano segmen-  
tado virtualmente lineal que comprende la operación de apli-  
car tensión sobre el filamento en cantidad suficiente para  
reducir el denier del mismo a un tamaño deseado y tratar el
5. filamento con un activador gaseoso que comprenda absorción y  
deabsorción de dicho activador gaseoso. Los filamentos pueden  
hacerse de forma que retengan otras formas ó configuraciones  
como por ejemplo un estado rizado mediante exposición a un  
activador gaseoso con la ulterior eliminación del gas absor-
10. bido. La absorción puede realizarse en condiciones de aproxi-  
madamente 100 a 1000 mm de mercurio y 0 a 50°C dependiendo  
de la proporción de la absorción que se desee obtener. Se ha  
averiguado que una temperatura y presión elevada producen una  
mayor velocidad de absorción del gas hasta llegar a un punto
15. de equilibrio. La eliminación del gas puede realizarse median-  
te métodos tales como la exposición de la muestra tratada al  
vacío, calor, ó baño de agua. Es preferible realizar la absor-  
ción en condiciones prácticamente anhidras.

- Los activadores gaseosos que se pueden emplear con el
20. presente invento deben ser lo suficientemente fuertes como  
lo son los ácidos de Lewis para formar complejos con las uni-  
dades básicas que comprenden los filamentos elásticos sinté-  
ticos. Tales activadores comprenden los haluros de hidrógeno,  
trifluoruro de boro, dióxido de azufre y cloro. No obstante,
25. el cloruro de hidrógeno es el gas activador preferido, debi-  
do a su más rápida absorción y deabsorción y facilidad de ma-  
nejo en un proceso de elaboración continua.

- El proceso de elaboración de este invento no se limi-  
ta a ningún tipo específico de elastómero de poliuretano seg-  
mentado. Tales elastómeros se preparan generalmente mediante
- 30.



- un procedimiento que comprende el hacer reaccionar un diol polímero con un diisocianato orgánico que se extienden después con un compuesto que contiene 2 átomos de hidrógeno activo. Los dioles pueden ser un glicol de poliéter como son
5. los glicoles de éter de polialquileno, glicol de éter de polialquilenarileno, glicoles de étertioéter de polialquileno y otros, ó glicoles de poliéter que comprenden glicoles de poliéter derivados de caprolactona, con ó sin extensión interna. Los diisocianatos empleados son generalmente diisocianato de arileno y se ha hallado preferible emplear un diisocianato aromático simétrico orientado en parte. El agente extensor de cadena es un compuesto que tiene dos átomos de hidrógeno activo según se determina mediante la prueba descrita en J. Am. Chem. Soc. 49, 3181 (1927). Tales compuestos
10. pueden ser dioles ó diaminas. Normalmente son preferibles las diaminas. Los reactivos empleados en la preparación de tales elastómeros de poliuretano, incluyendo el glicol, los diisocianatos orgánicos, y el agente extensor de cadena, son bien conocidos en la profesión. Vease por ejemplo la patente estadounidense 2.871.227 concedida a Walter y 3.115.384 concedida a Cacella et al.
- 15.
- 20.

Según el presente invento, el procedimiento puede realizarse junto con un proceso de hilado que se emplea para producir filamentos spandex continuos. Los filamentos spandex se suelen recibir de los rodillos de secado y se hacen avanzar a través de una cámara de absorción llena de activador gaseoso. Es preferible mantener la cámara a una temperatura aproximada a la del ambiente para proporcionar condiciones uniformes de tratamiento y comodidad de manejo aún cuando se

25.

30. pueden emplear temperaturas sensiblemente mayores ó menores



160

- con resultados algo menos favorables. Es conveniente mantener una presión en la cámara de aproximadamente de 200 a 800 mm de mercurio, pero se puede utilizar cualquier escala de presión que se halle conveniente ó práctica. Ulteriormente, el filamento spandex que contiene el gas absorbido en la cámara de absorción se lava en un baño de agua neutra ó ligeramente básica para eliminar el gas. Otro procedimiento eficaz para eliminar el gas es el calentamiento a una temperatura superior a unos 50°C. Se pueden emplear unas temperaturas más elevadas, pero se deberán tomar precauciones contra la degradación térmica de las propiedades del filamento.
- 5.
- 10.

- Los hilos tratados según el procedimiento de este invento muestran también cambios permanentes en tamaño ó configuración y propiedades físicas mejoradas como la tenacidad y el módulo. Se cree que el activador gaseoso rompe los enlaces de hidrógeno entre los grupos uretano y/o úrea para formar un complejo con los mismos que permite un flujo molecular ó cambio de estos grupos para liberar el esfuerzo impuesto por la tensión ó presión en la estructura filamentaria. La formación de complejo es reversible y por consiguiente la estructura filamentaria asumirá permanentemente la forma poseida en el momento que se elimina el activador gaseoso.
- 15.
- 20.

- Este invento comprende el hacer rugosa la superficie y deslustrar por consiguiente objetos moldeados de polímeros, especialmente poliamidas, mediante exposición a la acción de vapores de trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) seguido de la eliminación de cualquier SO<sub>3</sub> absorbido mediante lavado o neutralización.
- 25.

- En su forma preferente, el procedimiento comprende el hacer pasar un hilo en avance o lámina de película a través de una cámara que contiene vapores de trióxido de azufre y
- 30.



después en un baño de lavado o rociadura para eliminar todo el trióxido de azufre absorbido.

5. El  $\text{SO}_3$  no necesita neutralización si el lavado de agua es suficiente para eliminar todo este producto químico corrosivo. Cuando sea necesaria, la neutralización puede realizarse con cualquier base apropiada de suficiente concentración. El hidróxido de sodio, bicarbonato sódico y varias aminas son ejemplos de bases apropiadas. Cuando sea conveniente el evitar que el hilo pase a través de un baño, el agente neutralizante puede ser una amina de volatilidad suficiente para utilizarse en estado gaseoso o de vapor.

10. En condiciones experimentales son posibles las grandes variaciones dependiendo del grado de tratamiento deseado a cualquier velocidad particular de recogida de fibra. El denier y composición de la fibra a tratar determinará también la gama de condiciones experimentales que se pueden emplear. Las concentraciones de vapores de  $\text{SO}_3$  en la cámara de reacción para fines prácticos pueden variar de un valor bajo de aproximadamente un mol % a 100 % de vapores de  $\text{SO}_3$  mediante variaciones en la temperatura del  $\text{SO}_3$  líquido y la temperatura y velocidad de flujo del gas vehículo. Para filamentos de bajo denier tratados a menor velocidad se puede emplear la gama menor de concentración, mientras que se pueden utilizar velocidades muy elevadas con vapores de  $\text{SO}_3$  concentrado.

15. En los ejemplos expuestos, el filamento recibió el tratamiento a temperatura ambiente. Con el fin de aumentar la velocidad de reacción, el filamento podría recibir el tratamiento a temperaturas más elevadas. La temperatura deseable dependerá de la naturaleza y denier del filamento, la veloci-



dad de enrollamiento, la concentración de  $\text{SO}_3$ , y el grado de tratamiento deseado. Es evidente que el punto de fusión del material filamentario establece un punto superior a dicha temperatura. Por el contrario la velocidad de reacción puede aminorarse enfriando el filamento antes de su tratamiento.

5. En el procedimiento preferido, se utilizan vapores de  $\text{SO}_3$  por su facilidad de control, pero también se puede utilizar  $\text{SO}_3$  líquido.

10. Mientras que otros polímeros, como son los poliéteres y acrílicos, se pueden deslustrar por este procedimiento en el que se emplea  $\text{SO}_3$  líquido, las poliamidas se modifican fácilmente en gas de  $\text{SO}_3$ . Se cree que esto es el resultado de la formación de un complejo de  $\text{SO}_3$  con los grupos amida que produce una rotura de los enlaces de hidrógeno para permitir el cambio de las cadenas polímeras.

15. La figura 8 ilustra una disposición típica de un aparato que tiene una cámara para el tratamiento de materiales según el presente invento.

20. La figura 9 representa una fotomicrografía electrónica a 10.000X que ilustra las picaduras y grietas producidas en la superficie de un filamento de poliamida.

25. La figura 10 representa una fotomicrografía por luz reflejada, a 200X, que ilustra la capacidad fotodispersora de un filamento de poliamida tratado con  $\text{SO}_3$  comparada con un filamento similar no tratado (A la izquierda).

La figura 11 representa una fotomicrografía de luz reflejada que ilustra un filamento de poliamida deslustrado mediante cloruro de hidrógeno (A la izquierda) y un filamento similar tratado con trióxido de azufre (A la derecha).

30. La figura 12 representa una fotomicrografía electróni



ca a 10000X que ilustra las picaduras y hendiduras producidas sobre la superficie de un filamento de poliéster.

5. Refiriéndonos al aparato ilustrado en la figura 8, en ella se ilustra una cámara tubular alargada 10 que tiene lumbreras de acceso para purgar una parte de la cámara con un gas inerte que puede ser nitrógeno.

10. La cámara 10 se halla provista adicionalmente con lumbreras de acceso para establecer una atmósfera de trióxido de azufre dentro de la cámara. Los vapores de trióxido de azufre se generaron burbujeando nitrógeno seco a través de  $SO_3$  líquido según se ilustra en la figura 8. Los vapores de  $SO_3$  son obligados a pasar a través de la cámara 10 para salir a una torre de recuperación por lavado con agua.

15. Un filamento ó cinta 14 se hace pasar a través de la atmósfera gaseosa en la cámara 10 de una forma continua en cuya cámara se controla el tiempo de exposición por medio de la velocidad de recogida del filamento.

20. Después de salir de la cámara 10 el filamento pasa por uno ó más baños de lavado para eliminar el  $SO_3$  absorbido. El baño de lavado puede consistir en agua, pero preferiblemente un baño de agua que contenga un agente neutralizante como es el bicarbonato sódico.

25. Las propiedades físicas generales del filamento tratado se ven afectadas solo ligeramente cuando se tratan según este invento. Es preferible que solo las capas superficiales exteriores sean penetradas para conseguir los objetos anteriormente expuestos. Por ejemplo, cuando se somete a tratamiento un filamento de 15 deniers que tiene un diámetro de aproximadamente 50 micras, la superficie no deberá ser penetrada más de unas 5 micras, pero preferiblemente 2 micras.

30.



Esta ligera penetración es suficiente para deslustrar el filamento sin afectar materialmente las propiedades físicas del mismo.

5. Este invento puede ilustrarse adicionalmente mediante los ejemplos siguientes que se exponen a título de ilustración solamente.

EJEMPLO 1

10. Dos filamentos de 15 deniers de nylon 66 sin acabar se entrecruzaron bajo tensión para que la presión se desarrollara en el punto de intersección. En este estado las fibras se expusieron a una atmósfera de cloruro de hidrógeno gaseoso por espacio de siete segundos a temperatura ambiente y
15. ulteriormente se lavaron en agua para eliminar todas las trazas del HCl. Los filamentos se aglutinaron entre sí formando una fuerte unión que no alteró el diámetro de los filamentos en el lugar de unión. La resistencia a la ruptura del aglutinamiento era de 8,3 gramos. La figura 1 ilustra una sección transversal de un aglutinamiento formado de este modo para
20. ilustrar el diámetro sin alterar de los filamentos después de haber tenido lugar el aglutinamiento. La única diferencia notada en los filamentos después de su exposición a la acción del HCl fué un ligero deslustramiento producido durante la eliminación del HCl.

EJEMPLO 2

25. Se entrecruzaron dos filamentos de 15 deniers estirados de nylon 66 bajo tensión y se expusieron por espacio de siete segundos a una atmósfera de cloruro de hidrógeno gaseoso a temperatura ambiente según se describe en el ejemplo 1. Después se trataron los filamentos durante un minuto
30. con un chorro de aire caliente a una temperatura de aproxi-



madamente 90°C para deabsorber el HCl. Los filamentos se aglutinaron entre sí y retuvieron su lustre original y claridad. La resistencia a la ruptura del aglutinamiento fué de 6,9 gramos.

5.

EJEMPLO 3

Se realizó el experimento según se describe en el ejemplo 1 a excepción de que los filamentos se expusieron a la acción de trifluoruro de boro gaseoso en lugar de cloruro de hidrógeno. Fué necesario un tiempo de exposición de 25 segundos para obtener un fuerte aglutinamiento entre los filamentos.

10.

EJEMPLOS 4-8

Se entrecruzaron bajo tensión varios pares de trozos cortos de hilados de copolímero de nylon 66, se expusieron a la acción de cloruro de hidrógeno gaseoso a temperatura ambiente y se lavaron con agua para eliminar el HCl. Los hilados se aglutinaron entre sí con una unión muy fuerte. Las composiciones de las fibras que se utilizaron se indican en la tabla 1 que sigue.

15.



TABLA I

Ejemplo	Componente ácido <sup>a</sup>		Componente base <sup>b</sup>	
	moles % <sup>‡</sup>	Material	moles % <sup>‡‡‡</sup>	Material
IV	30	Acido tereftálico		
	10	ácido isoftálico		
V	10	ácido 5-t-butilisoftálico		
VI			40	cis, trans-1,4-ciclohexano bis(metilamina)
			40	m-xililendiamina
VII	30	ácido tereftálico		
	10	ácido 3-(p-carboxifenil)-1,1,3-trimetil-5-indancarboxílico		
VIII	15	ácido tereftálico		
	5	ácido isoftálico		

<sup>a</sup> Otro distinto al adípico

<sup>b</sup> Otro distinto a la hexametildiamina

<sup>‡</sup> De componentes ácidos

<sup>‡‡‡</sup> De componentes básicos

EJEMPLO 9

Se entrecruzaron bajo tensión trozos cortos de fibra preparados con nylones fundidos mezclados, se expusieron a la acción de cloruro de hidrógeno gaseoso por espacio de 10 segundos y ulteriormente se lavaron con agua. Las fibras se aglutinaron entre sí sin aglutinante externo y sin emigración de polímero. La mezcla consistía en un 49 % de nylon 66



con un 51 % de un polímero preparado a partir de hexametilendiamina, ácido tereftálico e isoftálico, en una proporción de ácidos de 40:60.

EJEMPLO 10

5. En un procedimiento igual al ejemplo 9, se aglutinaron fibras de una mezcla del 27 % de nylon 66 y un 73 % de polímeros de ácido tereftálico-ácido isoftálico-hexametilendiamina.

EJEMPLO 11

10. Se entrecruzaron trozos cortos de seda japonesa desengrasada 13/15, se expusieron a la acción de cloruro de hidrógeno gaseoso por espacio de 10 segundos y se lavaron sustancialmente con agua. Se formó un aglutinamiento razonablemente fuerte y flexible.

EJEMPLO 12

15. Se entrecruzaron pequeñas tiras de nylon 66 bajo tensión, se expusieron a la acción de cloruro de hidrógeno gaseoso por espacio de 10 segundos y ulteriormente se lavaron con agua. Las tiras se aglutinaron entre sí muy fuertemente.
20. Las películas quedarán también deslustradas y opacas por este tratamiento debido a que el agua hace que cristalice la superficie en estructuras esferulíticas grandes que difunden la luz.

EJEMPLO 13

25. Se entrecruzaron pequeñas tiras de nylon 66 bajo tensión, se secaron al vacío, se expusieron a la acción de cloruro de hidrógeno gaseoso por espacio de 10 segundos y ulteriormente se calentaron al vacío con luz infrarroja para eliminar el cloruro de hidrógeno. Las tiras se aglutinaron
30. entre sí muy fuertemente y retuvieron su transparencia original.



nal. La transparencia original se mantuvo debido a que el procedimiento de deabsorción en seco no produce estructuras esferulíticas grandes como produce la deabsorción del HCl con agua.

5.

EJEMPLO 14

Se entrecruzaron bajo tensión varios filamentos de 3 deniers de nylon 6, se expusieron a la acción de bromuro de hidrógeno gaseoso por espacio de 15 segundos y ulteriormente se lavaron en agua para eliminar el bromuro de hidrógeno. Los filamentos aglutinados se examinaron para hallar las trazas de bromuro pero no había nada presente.

10.

EJEMPLO 15

Se prepararon telas de filamentos continuos de nylon 66 atenuando rápidamente los filamentos directamente de un chorro de halatura en fundido y formando una capa no tejida de filamentos continuos sobre una tela metálica. Unas pequeñas muestras de 7,6 x 7,6 cm de esta tela se expusieron a la acción del gas de HCl al 100 % durante cortos períodos para permitir la absorción del gas. Después se deabsorbió el HCl con agua neutra ó ligeramente básica. El tratamiento se llevó a cabo sobre muestras sin prensar así como sobre muestras en las que se había estampado un dibujo ó se habían prensado para hacer los filamentos contiguos.

15.

20.

25.

30.

El prensado se realizó colocando las muestras entre placas planas ó estampadas y poniendo una presión de 14,06 kg por cm<sup>2</sup> a 200°C durante 10 segundos. En la tabla 2 se indican a continuación las propiedades físicas de las muestras comparadas con las de una tela comercial no tejida preparada a partir de fibras cortadas y con una tela tejida de filamentos de poliéster contiguos aglutinados. Las propiedades de



TABLA 3

PROPIEDADES DE LA TELA

<u>Muestra Nº</u>	<u>1a.</u>	<u>1b.</u>	<u>2a.</u>	<u>2b.</u>	<u>3.</u>	<u>4.</u>
Peso, g/m <sup>2</sup>	189	274	136	183	193	129
Espesor, mm	1,17	1,26	0,91	0,89	0,74	1,37
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	0,165	0,22	0,15	0,21	0,26	0,09
Tenacidad g/cm/g/m <sup>2</sup>	37,2	21,5	59	16,8	57,2	8,92
% de alargamiento	44,3	83,8	72,4	84,8	62,4	167,1
Longitud de flección, cm.	5,59	5,34	3,56	2,8	5,85	2,8
Relación de compactamiento, kg/cm/cm.	1,28	1,11	2,25	1,1	1,89	0,42

5. 1a.- Se estampó la tela con un dibujo formando carutillo a una presión de 15,7 kg/cm<sup>2</sup> y una temperatura de 200°C. durante 10 segundos antes de exponerlo a HCl. El HCl se deabsorbió en agua y después la tela se sometió a tratamiento de vapor para desarrollar el rizo.
- 1b.- Procedimiento igual a 1a. a excepción de que el rizo se desarrolló antes de la exposición al HCl.
10. 2a.- La tela se prensó en plano con una presión de 15,7 kg/cm<sup>2</sup> a una temperatura de 200°C durante 10 segundos y después se trató del mismo modo que en 1a.
- 2b.- Tela prensada en plano que se trató del mismo modo que en 1b.
15. 3.- La tela se prensó en plano con una presión de 63,4 kg/cm<sup>2</sup> a una temperatura de 200°C durante 10 segundos y se trató como en 1a.
- 4.- La tela no se prensó antes de ser expuesta a la acción del gas HCl y después se sometió al tratamiento descrito en 1a.



esta última se obtuvieron de un informe que aparecía en Textile Research Journal 35, 322 - 329, (Abril 1965).

TABLA 2

	Poliéster aglutina- do tejido	Tela lisa aglutina- da con HCl (Expuesta durante 10 segundos)	Tela estam- pada agluti- nada con HCl (Expues- ta durante 5 segundos)	Tela prensa da en plano aglutinada con HCl (Ex- puesta du- rante 10 se- gundos)	Tela no te- jida comer- cial
Peso, (g/m <sup>2</sup> )	144	122	118,8	162,7	122
Espesor, mm	0,61	0,96	0,56	0,28	0,56
Densidad g/cm <sup>3</sup>	0,20	0,16	0,21	0,58	0,22
Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	4,48	3,66	4,72	5,96	1,16
g/cm/g/m <sup>2</sup>	36,7	24,7	39,9	36,7	94,5
% de alargamiento	---	---	---	---	---
Longitud de fle- xión cm*	7,1	5,85	5,85	5,08	4,83
Relación de com- portamiento kg/cm/cm	0,63	0,63	0,806	1,18	0,238

\* Dirección de la máquina

EJEMPLO 16

Se trataron telas que consistían en filamentos conti-  
nuos de nylon 66 de hilatura directa y autoformación de ri-  
zado (6,6 deniers por filamento con 3,2 gramos de tenacidad  
5. por denier y un 75 % de alargamiento a la rotura) durante 5  
segundos en atmósfera de HCl al 100 %. Las variaciones en  
los procedimientos produjeron telas que tenían propiedades  
según se ilustra en la tabla 3 que sigue.



- Se realizó una evaluación complementaria de este principio de aglutinamiento en condiciones de experimentación dinámica en la que se hizo pasar HCl anhidro a través de las tramas durante varios espacios de tiempo. Las ilustraciones de esta técnica se pueden encontrar en los ejemplos 17, 18 y 19. Se hicieron pasar mezclas de gas y aire a través de las tramas con presiones de descarga del gas comprendidas entre 0,352 a 0,7 kg/cm<sup>2</sup> relativos a velocidades de 10 a 30 gramos por minuto. Las telas pesaban entre 4,75 g/cm<sup>2</sup> y 156 g/cm<sup>2</sup>.
10. EJEMPLO 17
- Se prensó en plano una trama hilada en directo que consistía en filamentos continuos rectos de nylon 66 (1,9 deniers por filamento con 3,8 gramos de tenacidad por denier y 134 % de alargamiento en el punto de ruptura) a 15,7 kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura de 150°C durante 15 segundos. Después se expuso a la acción de una mezcla al 50 % de HCl anhidro y aire durante 10 segundos. La mezcla de HCl y aire se hizo pasar a través de la trama a una velocidad de 20 gramos por minuto. Los datos de la prueba muestran que la tela tratada tenían una tenacidad de 84,5 g/cm/g/m<sup>2</sup>. La tenacidad de medida cero de la tela era de 88,8 g/cm/g/m<sup>2</sup>, indicando una eficacia de aglutinamiento del 85 %. La eficacia de aglutinamiento de la tela sin tratar era tan solo de 0,2 por ciento. La tabla 4 que sigue muestra la diferencia de eficacia del aglutinamiento de las telas de nylon hiladas en directo y tratadas con HCl comparadas con la eficacia de aglutinamiento de otras telas que se aglutinaron con un segundo constituyente.



TABLA 4

<u>Aglutinamiento</u>	<u>Tenacidad</u>		<u>% de eficacia de aglutinamiento a/b x 100</u>
	<u>g/cm/g/m<sup>2</sup></u>		
	<u>(a) 12,7 cm</u>	<u>(b) 0 cm</u>	
Mezcla al 50% de HCl/Aire sobre tela de 50,8 g/m <sup>2</sup>	84,5	88,6	95
HCl al 100% sobre tela de 88 g/m <sup>2</sup>	58,8	67,2	88
Mezcla al 50% de HCl/Aire sobre tela de 94,8 g/m <sup>2</sup>	53,0	73,5	72
Mezcla al 50% de HCl/Aire sobre tela de 81,3 g/m <sup>2</sup>	74,0	73,5	101
Acrilato "Rhoplex B-15" sobre tela de 84,7 g/m <sup>2</sup>	12,6	75,5	17
Latex de uretano sobre tela de 101,7 g/m <sup>2</sup>	48,9	78,7	62
"Pellon" -Tela comercial de 12,2 g/m <sup>2</sup>	9,44 31,5 13,6	34,6 60,4 45,2	27 52 30

Los datos anteriores ilustran claramente que el aglutinamiento que facilita el empleo de gas de cloruro de hidrógeno es superior a algunas técnicas bien conocidas de aglutinamiento.

5.

EJEMPLO 18

Se prensó en plano una tela hilada en directo que consistía en filamentos de nylon 6 rectos y continuos (3,0 deniers por filamento con 3,5 gramos de tenacidad por denier y 146 % de alargamiento en el punto de ruptura) a 15,7 kg/cm<sup>2</sup> a una temperatura de 200°C durante 10 segundos y después se expuso a la acción de gas de HCl concentrado duran-



5. te 10 segundos. El gas se hizo pasar a través de la trama a una velocidad de 30 g por minuto. La dearbsorción del HCl se llevó a cabo con agua. La tela tenía una tenacidad de 42,5 g/cm/g/m<sup>2</sup>. La tenacidad de medida cero de la tela era de 49,9 g/cm/g/m<sup>2</sup> indicando una eficacia de aglutinamiento del 84%. La tela sin tratar era muy débil después de prensada a 200°C y su fuerza coherente, en términos de eficacia de aglutinamiento, era de tan solo un 0,2 %.

EJEMPLO 19

10. En la tabla 5 que sigue se dá una indicación de efecto producido por la longitud del tiempo de exposición al HCl gaseoso. Se prepararon muestras de una tela de filamentos continuos rectos de nylon 66. Las telas que tenían un peso de 47,5 g/m<sup>2</sup> se expusieron a la acción de una mezcla al 50 % de HCl y aire durante el tiempo indicado.

TABLA 5

Tiempo de exposición segundos	3	7
Tenacidad kg/cm	2,31	2,62
Longitud de flexión cm.	1,91	2,39
Relación de comportamiento kg/cm/cm	1,21	1,09

20. Se comprobará que los mayores tiempos de exposición aumentaron la tenacidad de la trama, pero el aumento en longitud de flexión comenzó en una relación proporcional mayor disminuyendo la relación de comportamiento. Así, el tiempo de exposición quedará determinado en parte por las propiedades físicas particulares que se deseen obtener.



EJEMPLO 20

5. Varias telas de nylon 66 que no se habían estampado ni se habían prensado en plano, se sometieron al tratamiento en una atmósfera de HCl al 100 %, seguido de la desorción del HCl (con agua) obteniéndose las propiedades que siguen:

TABLA 6

	<u>Filamentos rectos</u>				<u>Filamentos rizados *</u>
	5	2	5	7	5
Tiempo de exposición al HCl en segundos	5	2	5	7	5
Peso, g/m <sup>2</sup>	149	180	241	241	129
Espesor, mm	0,96	1,73	1,60	1,80	1,37
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	0,16	0,10	0,15	0,13	0,09
Tenacidad, g/cm/g/m <sup>2</sup>	24,7	42	29,4	32,6	8,9
% de alargamiento	137	158	105	134	167
Longitud de flexión cm.	5,85	6,07	7,37	7,47	2,59
Relación de comportamiento kg/cm/cm	0,631	1,25	0,96	1,05	0,42

\* Los filamentos desarrollaron 6,3 rizos por centímetro.

EJEMPLO 21

10. Dos muestras de 5,8 cm de nylon 66 cortado y nylon 66 con Acrilan se cardaron en telas sobre una base de 25 gramos por bloque fibroso. La fibra cortada tenía 1,5 deniers. Las muestras tenían muestras de 75, 50 y 25 % de nylon 66. Se prensaron en plano las telas ó se estamparon en canutillo a una presión de 63,3 kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura

2 OCT 1954

de 200°C durante 10 segundos y se expusieron a la acción de HCl anhidro al 100 % durante 30 segundos. Una tela al 75 % de nylon 66 se prensó en plano en las mismas condiciones sin exponerla a la acción del gas HCl para comparar las propiedades físicas y eficacia de aglutinamiento en las telas sometidas a tratamiento. La tabla 7 que sigue resume los resultados.

TABLA 7

	Sin aglutinar	Aglutinadas				
		100	75	75	50	25
Composición, % nylon	75	100	75	75	50	25
Estampada previamente	Plana	Plana	Plana	En canutillo	Plana	Plana
Peso, g/m <sup>2</sup>	139	119	132	129	153	136
Espesor, mm	1,09	0,63	0,53	1,14	0,33	0,58
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	0,13	0,19	0,25	0,11	0,46	0,23
Tenacidad, g/cm/g/m <sup>2</sup>						
Separación 12,7 cm.	0,525	25,2	19,4	23,6	12,1	5,78
Separación a 0 cms.	37,3	23,6	21,5	--	--	--
% de alargamiento	56	22	24	35	15	12
Longitud de flexión cm.	2,79	50,8	4,57	3,56	4,57	3,56
Relación de comportamiento, kg/cm/cm	0,028	0,59	0,56	0,86	0,38	0,23

Las resistencias a la tracción indican un alto grado de eficacia de aglutinamiento. Por cada 25 % de disminución de concentración de nylon hubo un porcentaje de disminución correspondiente en resistencia a la tracción. Por ejemplo, según se ilustra anteriormente en la tabla 7, 25,2 g/cm/g/m<sup>2</sup> menos 25 % = 18,9; 25,2 g/cm/g/m<sup>2</sup> menos 50 % = 12,6; y 25,2 menos 75 % = 6,3. No resultó tan evidente una disminución co-



responsiente en la longitud de flexión, aunque la longitud de flexión se redujo en un 30 % cuando se redujo la concentración de nylon en un 75 %.

5. El dibujo de canutillo estampado en la tela compuesta por fibras de nylon en un 75 % produjo una tela altamente aglutinada sin aumento de la densidad de trama sin aglutinar. Su longitud de flexión no fué sensiblemente mayor que la de la trama sin aglutinar prensada en plano.

#### EJEMPLO 22

10. Refiriéndonos al ejemplo 21, la mezcla cortada que contenía un 75 % de nylon 66 se prensó en plano ó se estampó en canutillo después de haber sido expuesta durante 30 segundos a la acción de gas de HCl al 100 %. La presión impuesta sobre la trama cargada de gas fué de 1,76 a 12,7 kg/cm<sup>2</sup> relativos durante 10 segundos a 150°C.

20. El calor hizo que el gas de HCl se deabsorbiera del nylon, y las fibras se aglutinaron por la acción de un mecanismo similar al que entró en acción cuando el gas HCl se había deabsorbido en agua. Las elevadas presiones, como las utilizadas en los tratamientos de prensado previo a elevadas temperaturas, hicieron que las fibras se deformaran formando una película fibrosa rígida. Las propiedades de la tela no tejida producida por este proceso de deabsorción en seco con prensado ulterior son como siguen:



TABLA 8

Estampado ulterior	Plana	Plana	Canutillo	Canutillo
Presión a 150°C kg/cm <sup>2</sup> relativos	1,76	5,62	3,86	12,7
Peso, g/m <sup>2</sup>	190	146	136	129
Espesor, mm	0,61	0,33	0,51	0,38
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	0,31	0,49	0,27	0,34
Tenacidad, g/cm/g/m <sup>2</sup>	31,5	28,9	27,8	32,0.
% de alargamiento	35	29	27	22
Longitud de flexión, cm.	6,35	5,08	4,83	4,31
Relación de comporta miento g/cm/cm.	0,927	0,927	0,786	0,955

Es significativo que la resistencia a la tracción de las muestras planas de estampado ulterior fuera casi el doble que la tenacidad que la muestra con el 75 % de nylon plana y previamente estampada del ejemplo anterior. También aumentaron las longitudes de flexión, pero hubo una mejora en la relación de comportamiento de resistencia a la tracción g/cm<sup>2</sup> respecto a la longitud de flexión, cm. Las muestras de estampado ulterior en canutillo no mejoraron mucho respecto a la resistencia a la tracción.

5.

EJEMPLO 23

Se preparó una trama que pesaba 25 gramos consistente en un 50 % en peso de poliéster (Dacron) y un 50 % de nylon 66 en una máquina de cardar Shirley Minature que formaba una tela de 25,4 cm x 76,2 cm. Las fibras de nylon y poliéster tenían 3 deniers por filamento y 3,81 cm de longitud. La tela se sometió a una pasada a través de punzonadora de labo

10.

15.



ratorio Hunter.

Después se lavó la tela con  $\text{CCl}_4$  para quitar el acabado, se secó y se prensó entre telas metálicas de malla de calibre 11 durante 30 segundos a  $198,8^\circ\text{C}$  y 13,4 toneladas métricas en una prensa hidráulica Pasadena de 30,5 cm x 45,7 cms.

Se utilizaron dos muestras de 10,2 cms. x 17,9 cms. para pruebas. Se probó una muestra sin tratamiento adicional (sin aglutinar) y la otra se dispuso a la acción de HCl gaseoso al 100 % durante 30 segundos y ulteriormente se lavó en agua. Se obtuvo un considerable aumento de resistencia a la ruptura sin aumentar la longitud de flexión. Los resultados de las pruebas físicas fueron como sigue:

TABLA 9

	Longitud de flexión cms.	Resistencia a la ruptura $\text{gm/cm}$	
		Separación de medida 0 cms.	Separación de medida 12,7 cms.
Sin aglutinar	2,54	5,92	0,534
Aglutinada	2,54	5,35	2,68

EJEMPLO 24

Una trama de hilatura directa consistente en filamento de nylon 66 continuo y recto (1,7 deniers por filamento con 3,6 gramos de tenacidad por denier y un 125 % de alargamiento en el punto de ruptura) se expuso a la acción de una mezcla al 50 % de HCl y aire durante 10 segundos. La mezcla se hizo pasar a través de la trama a razón de 20 gms. por minuto bajo una presión de  $0,352 \text{ kg/cm}^2$  relativos) con un vacío de 3,3 cms de mercurio. Después de la exposición a la acción de la muestra de HCl y aire, las muestras se prensaron bajo control empleando medios de distanciamiento a unos espe



- sores de 0,63 y 0,38 mm, ó bien se prensaron en plano a una presión de 0,14 kg/cm<sup>2</sup> relativos a temperatura ambiente. El prensado ulterior fué seguido por la deabsorción en agua. Los resultados demostraron que la resistencia a la tracción
5. de la tela aumentó de 26,2 g/cm/g/m<sup>2</sup> a 35,2 a medida que aumentaba la compresión en la tela cargada de gas.

- La tela hilada en directo se sometió a tratamiento con una mezcla al 50 % de HCl y aire en las mismas condiciones pero se prensó en plano a 150°C con presiones de 0,915 y 1,83 kg/cm<sup>2</sup> relativos durante 10 segundos seguidos por calentamiento continuado durante 50 segundos para deabsorber los gases e iniciar el aglutinamiento de las fibras. Las resistencias a la tracción fueron de 49,4 y 69,8 g/cm/g/m<sup>2</sup> respectivamente con una longitud de flexión de 7,36 cms. Los dibujos estriados ó de canutillo estampados bajo presiones de
10. 3,51 y 7,03 kgs/cm<sup>2</sup> relativos en las mismas condiciones produjeron una resistencia a la tracción de 36,8 g/cm/g/m<sup>2</sup> con una longitud de flexión de 5,85 cms.
- 15.

#### EJEMPLO 25

20. Se montaron unos trozos cortos de filamentos de 15 deniers estirados de polihexametilenadipamida (nylon 66) sin acabar sobre un bastidor de cristal de forma que se desarrollara presión en el punto de intersección. El bastidor de cristal se colocó en un matraz de resina al que ulteriormente se hizo pasar nitrógeno que contenía aproximadamente un
25. 50 % del peso de SO<sub>3</sub> vaporoso. El SO<sub>3</sub> gaseoso se introdujo en el chorro de nitrógeno burbujeando nitrógeno seco a través de SO<sub>3</sub> líquido a temperatura del ambiente a una velocidad de aproximadamente medio litro por minuto. Después de un tiempo
30. de exposición de un segundo, se secó el bastidor de cristal,



y el filamento se lavó inmediatamente en agua para eliminar todas las trazas de  $\text{SO}_3$ .

5. Los filamentos se aglutinaron entre sí en el tratamiento formando un aglutinamiento fuerte y flexible. Asimismo, los filamentos se deslustraron ligeramente en el tratamiento.

#### EJEMPLO 26

10. Se montaron pequeñas tiras de película de nylon 66 experimental de un espesor de aproximadamente 0,013 mm en un bastidor de cristal de forma que se desarrollara presión en el área de intersección. Al igual que en el ejemplo 25, el bastidor se colocó en un matraz de resina en el que se hizo pasar ulteriormente nitrógeno que contenía aproximadamente un 50 % en peso de vapor  $\text{SO}_3$ . Después de un tiempo de  
15. exposición de aproximadamente un segundo se sacó el bastidor y se lavó inmediatamente en agua para eliminar el  $\text{SO}_3$  de la película de nylon. Las tiras de película se aglutinaron entre sí y habían perdido su transparencia original, volviéndose blancas y opacas.

#### 20. EJEMPLO 27

Se montaron tiras de nylon 66 según se ha descrito en el ejemplo 26. Se colocó el bastidor en un matraz de resina que se calentó ulteriormente con una lámpara de rayos infrarrojos mientras que se hacía pasar  $\text{N}_2$  seco a través del  
25. sistema. Se secaron el aparato y la película de nylon según se ha indicado antes de que se hiciera pasar nitrógeno con contenido de vapor de  $\text{SO}_3$  al matraz. Después de un tiempo de exposición de dos segundos, se sacó el bastidor y se lavó con agua para eliminar todas las trazas de  $\text{SO}_3$ . Las tiras  
30. de película se aglutinaron entre sí y se volvieron opacas en



el tratamiento.

EJEMPLO 28

Se preparó una tela de filamento continuo de nylon 66 atenuando rápidamente filamentos de un modo directo de un chorro de hilatura en fundido formando una capa tejida de filamentos continuos sobre una tela metálica. Los filamentos que tenían 2 deniers por filamento, tenían una tenacidad de 3,8 gms. por denier con un 134 % de alargamiento en el punto de ruptura. Se prensó una muestra de la tela a 150°C y 15,45 kg/cm<sup>2</sup> relativo entre placas planas por espacio de 10 segundos para obtener contigüedad de los filamentos. Entonces se colocó una muestra de 10,16 cms. x 20,3 cms. sobre una tela metálica montada en un matraz de resina. La muestra se mantuvo en su lugar sobre la tela metálica mediante el vacío parcial creado por un aspirador de agua adjunto. Se introdujo un chorro de nitrógeno que contenía aproximadamente un 50 % en peso de SO<sub>3</sub> como en el ejemplo 25 en el matraz, en el que traspasó la muestra y salió a través del aspirador de agua. Al cabo de un tiempo de exposición de 10 segundos, se sacó la muestra rápidamente del matraz e inmediatamente se lavó en agua para eliminar todas las trazas de SO<sub>3</sub>. La tela resultante se aglutinó fuertemente. Los resultados obtenidos con las muestras de ensayo cortadas en diagonal que indican la tabla 10 que sigue:

TABLA 10

<u>Peso de la tela</u>	<u>Longitud de flexión</u>	<u>Resistencia a la rotura</u>	<u>Alargamiento a la rotura</u>
108,5 g/m <sup>2</sup>	2,92 cm	4,96 kg/cm	114 %

25. La resistencia a la rotura de la tela prensada antes del aglutinamiento era de aproximadamente de 0,535 kg/cm. La



5. resistencia a la rotura de las muestras de 2,54 cms de ancho se determinaron en una máquina de prueba de resistencia standard utilizando una separación de mordazas de 12,7 cms y una velocidad de cruceta de 12,7 cms por minuto. La longitud de flexión se determinó de acuerdo con el procedimiento normal de la prueba ASTM D 1388-55T.

EJEMPLO 29

10. Se preparó una tela que consistía en pesos iguales de fibras cortadas de poliéster (Dacron) y nylon 66 en una máquina de cardar Shirley Miniature. Las fibras de nylon y poliéster tenían ambas 3 deniers por filamento y 3,18 cms de longitud. La tela se sometió a una pasada a través de un telar de agujas de laboratorio Hunter para darla algo de consistencia. Después se extrajo la tela para eliminar el acabado, se secó y se prensó entre placas planas a 200°C y a una presión de 15,45 kg/cm<sup>2</sup> con el fin de prensar los filamentos en íntimo contacto. La tela tenía una resistencia a la rotura en la dirección de la máquina de 0,535 kg/cm.

15. Entonces se expuso una muestra de la tela a vapores de SO<sub>3</sub> y ulteriormente se lavó en agua del mismo modo que se describe en el ejemplo 28.

20. Se averiguó que la tela aglutinada resultante tenía propiedades en la dirección de la máquina según se indican en la tabla 11 que sigue:

TABLA 11

<u>Peso de la tela</u>	<u>Longitud de flexión</u>	<u>Resistencia a la rotura</u>	<u>Alargamiento a la rotura</u>
88 g/m <sup>2</sup>	2,18 cm	2,38 kg/cm	88 %

25.

EJEMPLO 30

En la preparación de un hilado de muestra para ilustrar



1939

- ciertos aspectos del invento, se disolvieron 3.990 gramos de un diol de poliéster que tenía un peso molecular de 2.838 preparados a partir de 3 moles de policaprolactona de peso molecular 830 extendida interiormente con 348 gramos de diisocianato de tolueno, en dimetilformamida con 735 gramos
5. de p, p'-metilen-di(fenil isocianato) para formar una solución de prepolímero que tenía un contenido en sólidos de aproximadamente el 65 %. Se preparó una segunda solución añadiendo 30,1 gramos de etilendiamina a 8370 gramos de dimetilformamida. Se añadió la primera solución a la segunda
10. solución agitando la mezcla mientras se mantenía la temperatura a 45°C. Después de haberse añadido 2510 gramos de la primera solución se dejó de añadir y la solución tenía una viscosidad Brookfield del 37.000 centipoises a 25°C y contenía aproximadamente un 15,0 % de sólidos. El compuesto resultante se filtró y se hiló en húmedo mediante extrusión a través de una hilera de 15 orificios con un grosor de orificio de 0,14 mm. El baño coagulante contenía un 75 % de H<sub>2</sub>O y un 25 % de disolvente y se mantuvo a una temperatura de 80°C.
15. Se sacó del baño el haz de filamentos, se lavó para eliminar prácticamente el disolvente en un baño de agua caliente, y se secó sobre rodillos calientes a una temperatura de 135°C.
20. Se suspendió una muestra del hilado sobre un dispositivo Worden de cuarzo fundido en un aparato de absorción gaseosa. Se practicó el vacío en el aparato a 0,5 mm de mercurio. Al cabo de una hora se llenó el aparato a presión atmosférica con cloruro de hidrógeno anhidro (HCl) gaseoso a 25°C. El aumento en peso de la muestra spandex fué seguido por el alargamiento de muelle Worden.
25. En estas condiciones el hilado Spandex absorbió HCl
- 30.



en una cantidad de aproximadamente un 12 % en peso. A continuación se indican los resultados detallados:

<u>Tiempo, segundos</u>	<u>Peso, mgs.</u>	<u>Ganancia en peso, mg.</u>	<u>Ganancia en peso %</u>
0	58,55	-	-
80	63,85	5,30	9,05
135	64,60	6,05	10,3
190	65,15	6,60	11,3
315	65,55	7,00	12,0
980	65,65	7,10	12,15
1920	65,65	7,10	12,15
2400	65,65	7,10	12,15

EJEMPLO 31

5. Al finalizar la operación del ejemplo 30 se practicó el vacío en el aparato de absorción a 0,5 mm. de mercurio a 25° C. El hilado Spandex perdió la mayor parte del HCl que había absorbido según se indica a continuación:

<u>Tiempo, segundos</u>	<u>Peso, mgs.</u>	<u>Ganancia en peso mg.</u>	<u>Ganancia en peso %</u>
0	65,65	7,10	12,15
180	61,75	3,20	5,1
360	60,35	1,80	3,1
600	59,75	1,20	2,1
1200	59,75	1,20	2,1

EJEMPLO 32

10. Después de haberse finalizado la operación del ejemplo 31 se calentó el aparato de absorción a 54° C. El hilo spandex perdió esencialmente todo el HCl que había absorbido según se indica en la tabla que sigue:

<u>Tiempo, segundos</u>	<u>Peso, mg.</u>	<u>Ganancia en peso <sup>mg.</sup>, mg.</u>	<u>Ganancia en peso <sup>mg.</sup>, %</u>
120	59,10	0,55	0,9
600	58,60	0,05	0,1

15. Se volvió a someter la misma muestra de hilado spandex al procedimiento de absorción-deabsorción. Los resultados obtenidos fueron esencialmente idénticos a los que se habían obtenido con los primeros experimentos.



EJEMPLO 33

5. Se montó una muestra de hilado spandex en el aparato de absorción según se describe en el ejemplo 30. Se practicó el vacío en el aparato a 1 mm de mercurio. Al cabo de una hora, se hizo pasar gas de HCl al aparato hasta que la presión fué de 286 mm de mercurio. Se mantuvo esta presión haciendo pasar HCl en el aparato a medida que fué necesario. Por lo tanto el hilado spandex se expuso a la acción de HCl a una presión parcial de 286 mm de mercurio. El hilo spandex absorbió sólo un 7 % aproximadamente de HCl en estas condiciones. A continuación se indican los resultados obtenidos.

<u>Tiempo, segundos</u>	<u>Peso de la muestra, mg</u>	<u>Ganancia en peso <sup>#</sup>, mg</u>	<u>Ganancia en peso <sup>#</sup>, %</u>
0	105,85	-	-
15	108,70	2,85	2,7
30	110,65	4,80	4,9
180	112,10	6,25	5,9
1320	113,33	7,50	7,1

15. Se aumentó la presión del gas de HCl a 366 mm de mercurio. En el espacio de 3 minutos el hilado absorbió HCl hasta el punto de equilibrio a esta presión. A continuación se indican los datos.

<u>Tiempo, segundos</u>	<u>Peso de la muestra, mg</u>	<u>Ganancia en peso <sup>#</sup>, mg</u>	<u>Ganancia en peso <sup>#</sup>, %</u>
15	114,65	8,80	8,3
180	115,20	9,35	8,9
3600	115,30	9,45	9,0

20. Se aumentó la presión de HCl a 744 mm de mercurio. El hilado spandex absorbió HCl hasta una ganancia en peso de aproximadamente el 12 %.

Se practicó el vacío en el aparato de absorción hasta que la presión de HCl se redujo a 286 mm de mercurio. Al cabo



5. de tres minutos el hilo spandex había retenido solamente el 6,1 % de la ganancia en peso de HCl. Este valor concuerda razonablemente con el valor del 7 % de ganancia en peso hallado al aproximar esta presión de HCl desde el lado inferior. Así, se puede llegar a la conclusión que la cantidad de gas absorbido depende de la cantidad de gas empleada en la cámara durante la exposición.

EJEMPLO 34

10. Se montaron varias muestras de hilado spandex de 12,7 cm de longitud estiradas a 50,8 cm sobre una varilla de cristal. La varilla se colocó en un recipiente de absorción en el que se practicó ulteriormente el vacío a 0,5 mm de mercurio. Al cabo de una hora se llenó el recipiente hasta alcanzar la presión atmosférica con gas de HCl anhidro. Al 15. cabo de 15 minutos se volvió a practicar el vacío en el recipiente a 0,5 mm de mercurio durante una hora. Se lavó el hilado con agua para eliminar las últimas trazas de HCl. Cuando se quitaron las muestras de la varilla tenían 40,6 cm de longitud, poseían un denier disminuido y una mayor tenaci- 20. dad. A continuación se indican los resultados de las pruebas físicas:

<u>Muestra</u>	<u>Denier</u>	<u>Tenacidad final,</u> <u>g/d.</u>	<u>Alargamiento fi-</u> <u>nal, %</u>
1	314	0,93	248
2	310	0,88	240
3	318	0,78	233
Sin tratar	902	0,68	571

EJEMPLO 35

25. Varias muestras preparadas según se describe en el ejemplo 34 se examinaron después de haber sido colocadas sin sujeción alguna en agua caliente durante 15 minutos. El denier por término medio de estas muestras fué de 345 antes del tratamiento y de 471 después del tratamiento.



EJEMPLO 36

Se trataron varias muestras de hilados spandex del modo que sigue: Se montó una muestra de 2,54 cm en el aparato de absorción para sostener un cierto peso y se midió la extensión del hilado en función a este peso en aire a 25°C. Después se practicó el vacío en el recipiente a 0,5 mm de mercurio y al cabo de una hora se llenó lentamente el recipiente hasta alcanzar la presión atmosférica con gas de HCl anhidro. El hilado que soportaba el peso comenzó a alargarse alcanzando rápidamente un valor máximo que dependía del peso sostenido. Por ejemplo, una muestra de hilado que sostenía 100 gramos estiró a 11,4 cm en aire, pero en una atmósfera de HCl estiró hasta 25,4 cm. En las curvas trazadas en la figura 5 se indican resultados adicionales. Estos datos ilustran que el hilo se estira mas fácilmente cuando se expone al activador gaseoso.

Al cabo de unos 15 segundos de exposición se volvió a practicar el vacío en el recipiente de absorción a 0,50 mm de mercurio durante una hora para deabsorber el HCl. Al sacarlo del aparato se lavó el hilado en el agua para eliminar el HCl residual. Estas muestras así estiradas en una atmósfera de HCl adoptaron una nueva longitud mayor dependiendo del peso que habían conseguido. Por ejemplo, la muestra sometida a la operación de absorción-deabsorción de HCl mientras sostenía 100 fué de 3,5 veces su longitud original después de quitar el peso. En las curvas trazadas en la figura 6 se indican los resultados de varias muestras.

EJEMPLO 37

Se enrollaron en espiral varios metros de hilado spandex sobre dos varillas de cristal de 0,317 cm de diámetro.



Cada varilla se colocó en un recipiente de absorción en el que ulteriormente se practicó el vacío a 0,5 mm de mercurio. Al cabo de una hora el primer recipiente se llenó con HCl gaseoso hasta alcanzar la presión atmosférica. Al cabo de 15 minutos se practicó el vacío en este recipiente a 0,5 mm de mercurio durante una hora y ulteriormente se lavaron ambas muestras con agua. En ningún momento se expuso a la acción del HCl el segundo recipiente.

El hilado spandex que había sido expuesto a la acción de HCl retuvo la forma espiral después de quitarlo de la varilla. No obstante, la muestra del segundo recipiente no mostró signo alguno de retención de la espiral. En la fotografía de la figura 7 se ilustran los dos hilados.

EJEMPLO 38

Se sometió a prueba una muestra de hilado spandex tratado con HCl del ejemplo 34 según procedimientos normales. Se obtuvieron los resultados siguientes.

Muestra	Denier	Tenacidad final, g/d	Alargamiento final, %	Módulo secante a 150% de alargamiento, g/d
Sin tratar	920	0,66	560	0,07
Tratada con HCl	350	1,03	345	0,16

EJEMPLO 39

Se hiló polihexametilenadipamida (nylon 66) que no contenía aditivos tales como estabilizadores ó dióxidos de titanio, en un monofilamento de aproximadamente 70 deniers y ulteriormente se estiró sin acabado a aproximadamente 15 deniers.

Una parte de este hilado se enrolló sobre una pequeña tarjeta ó cartulina, y se sometió a mediciones de brillo. Es



- tas mediciones se realizaron utilizando un aparato de medición de brillo de estudios de laboratorio Hunter D-16. Se determinó el brillo especular mediante una adaptación del método ASTM D523-62T utilizando un ángulo de incidencia de 45°.
5. El brillo especular es la luz reflejada a 45° por la muestra contra la luz reflejada por un reflector negro normal, y se expresa como un porcentaje de éste. El brillo de contraste es la proporción de brillo especular respecto al porcentaje de luz reflejada a 90° por la muestra. En ambos casos, los valores bajos expresan una mayor difusión de la luz reflejada, indicando deslumbramiento. Los valores obtenidos por las diversas muestras tratadas en diferentes condiciones se indican en la tabla 12.
- 10.

TABLA 12

Mediciones de brillo de varias muestras

<u>Nº de Ejemplo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Brillo especular</u>	<u>Brillo de contraste</u>
39	Sin tratar	40,4	98,0
	Semi-mate comercial	10,5	72,0
48	Tratada con HCl	10,2	69,0
41	Tratada con SO <sub>3</sub>	-	40,4
40	Tratada con SO <sub>3</sub>	-	32,5
43	Tratada con SO <sub>3</sub>	0,4	20,5

EJEMPLO 40

15. Varios cientos de hilos de filamento de nylon preparados como en el ejemplo 39 y en equilibrio con las condiciones del ambiente (humedad relativa 40-60 %; temperatura 23-26°C)



se expusieron a la acción de vapores de  $\text{SO}_3$  tirando de los filamentos que componían líneas de hilos a través de una cámara que contenía vapores de  $\text{SO}_3$  a la temperatura ambiente, y ulteriormente a través de un baño de agua que contenía bicarbonato sódico para neutralizar el trióxido de azufre y después a través de un segundo baño para aclarar los filamentos. En la figura 8 se ilustra el aparato.

Los vapores de  $\text{SO}_3$  se generaron burbujeando nitrógeno seco a una velocidad de aproximadamente un litro por minuto a través de  $\text{SO}_3$  líquido contenido en una botella de lavado de gas. El recipiente de  $\text{SO}_3$  no se calentó y como resultado de la evaporación el líquido se enfrió a una temperatura inferior a la del ambiente durante la mayor parte del experimento.

El filamento se recogió a una velocidad de aproximadamente 27,4 metros por minuto de forma que el tiempo de exposición en la cámara de vapor de  $\text{SO}_3$  fué de aproximadamente un segundo. Suponiendo que el chorro de nitrógeno se hallara saturado de  $\text{SO}_3$ , la concentración de vapores de  $\text{SO}_3$  a  $20^\circ\text{C}$  puede calcularse como una fracción de 0,24 moles ó aproximadamente 0,8 gramos de  $\text{SO}_3$  por litro de  $\text{N}_2$ . Así, se utilizarían aproximadamente 0,8 gramos de  $\text{SO}_3$  por cada 27,4 metros de filamento.

Las características de superficie del filamento tratado se ilustran en la fotomicrografía electrónica ilustrada en la figura 9. Esta superficie aparece completamente áspera sin dibujo alguno pero se caracteriza por la formación de muchas picaduras y hendiduras y una aspereza superficial general micrométrica de aproximadamente un micrometro. Esta aspereza superficial es la responsable de la difusión de luz



incidente, y, por lo tanto de la apariencia deslustrada y opaca del filamento sometido a tratamiento.

EJEMPLO 41

5. Una muestra del filamento de nylon estirado de 15 deniers del ejemplo 39 se trató con vapores de  $SO_3$  según los detalles experimentales descritos en el ejemplo 40. El filamento tratado tenía un valor de brillo de contraste de 40,4 que se registra en la tabla 12. La fotomicrografía electrónica ilustrada en la figura 9 indica la aspereza experimentada por la superficie por la acción del tratamiento.

10. La fotomicrografía de luz reflejada ilustrada en la figura 10 da una muestra adicional de la capacidad de difusión de la luz del filamento tratado y si se compara con muestras no tratadas. Las muestras de filamento se iluminaron utilizando un microscopio Leitz Ortholux con un ángulo elevado de incidencia de forma que solo se observara la luz difundida por la muestra. El filamento no tratado difundió muy poca luz y aparecía mas oscuro en la fotomicrografía. La muestra tratada con  $SO_3$  difundió mucha mas luz incidente que los filamentos no tratados ó semi-mate y por consiguiente aparece mas brillante en la fotomicrografía.

15. Una parte de filamento tratado con  $SO_3$  y del filamento no tratado del ejemplo 39 se sometieron a una prueba de ensuciamiento. Unas muestras de cada una de estas partes en forma de tejido de punto tubular se trataron con basura de alfombra tamizada sobre la base 2 gramos por  $193 \text{ cm}^2$  de tejido tubular. Después de someterla a una aspiración normal, se sometió a prueba el brillo de cada muestra en un espectómetro General Electric West Lynn según procedimientos normales. La muestra de contrastación que no se había sometido a tratamien-

20.

25.

30.



to perdió un 33 % de su brillo original como resultado del tratamiento de suciedad, mientras que, la muestra tratada con  $\text{SO}_3$  perdió solamente el 24 % de su brillo original. Los valores de brillo se indican en la tabla 13.

TABLA 13

<u>Muestra</u>	Brillo	
	<u>Antes del ensuciamiento</u>	<u>Después del ensuciamiento</u>
Filamento tratado con $\text{SO}_3$	70,5	53,4
Filamento no tratado	64,9	45,3

5. Las propiedades físicas de la muestra de este hilado se comparan con las del filamento no tratado del ejemplo 39 en la tabla 14.

TABLA 14

<u>Muestra</u>	<u>Tenacidad final g/d</u>	<u>Alargamiento final %</u>	<u>Módulos</u>
Filamento tratado con $\text{SO}_3$	5,8	24	38
Filamento no tratado	5,9	30	30

EJEMPLO 42

10. Una muestra del nylon estirado de 15 deniers preparada en el ejemplo 39 se expuso a la acción de vapores de  $\text{SO}_3$  según el procedimiento descrito en el ejemplo 40.

El coeficiente de la fricción estática de fibra contra fibra se determinó mediante el procedimiento que sigue:

15. Una muestra del filamento que se iba a someter a prueba se montó formando un plano inclinado y una segunda muestra se colocó sobre el elemento inclinado como vuelta contra pesada para que actuara de corredera. Se hizo bascular el elemento inclinado hasta que comenzó a moverse la corredera.



El ángulo de inclinación  $\theta$  se refiere teóricamente al coeficiente estático de fricción  $\mu_s$  entre los dos filamentos mediante la ecuación

$$\tan \theta = \mu_s$$

5. A partir de esta medición, se obtuvo un valor de 0,16 con el filamento tratado mientras que se obtuvo un valor de 0,08 con el filamento no tratado. El coeficiente mas elevado de fricción estática del filamento tratado puede ser atribuido a su superficie mas áspera.

#### EJEMPLO 43

10. Una muestra de nylon estirado de 15 deniers preparada en el ejemplo 39 se expuso a la acción de vapores de  $SO_3$  según el procedimiento del ejemplo 40 a excepción de que el recipiente de  $SO_3$  líquido se calentó utilizando una lámpara de rayos infrarrojos para mantener el  $SO_3$  líquido a la temperatura ambiente ó ligeramente superior. La concentración de vapores de  $SO_3$  aumentó por consiguiente respecto a la que había presente durante el tratamiento del ejemplo 40.

15. El filamento tratado tenía una apariencia áltamente deslustrada y opaca pero parecía retener su resistencia original. Las medidas de brillo demostraron que la muestra había experimentado un deslustramiento verdaderamente elevado con un valor de brillo de contraste de sólomente 20,5. Se puede comprender la importancia de este número examinando los datos de la tabla 12. Las fotomicrografías electrónicas indicaron un grado extremo de aspereza impartida a la superficie del filamento por este tratamiento con  $SO_3$ .

#### EJEMPLO 44

20. Una muestra del filamento de nylon estirado de 15 deniers del ejemplo 39 se expuso a la acción de vapores de  $SO_3$



según el procedimiento del ejemplo 40 a excepción de que el filamento se hizo pasar a través de un tubo de cristal que contenía una atmósfera de amoníaco gaseoso, obtenida de una botella a presión, en lugar de hacerlo a través del baño de agua que contenía bicarbonato sódico. El filamento resultante era comparable en apariencia al filamento tratado del ejemplo 40.

#### EJEMPLO 45

Una pequeña muestra de película de nylon 66 experimental, de un grosor de aproximadamente 0,013 mm se expuso a la acción de vapores de  $SO_3$  durante el espacio de un segundo.

La película perdió su transparencia original y se volvió opaca al exponerla a la acción del agua. Los vapores de  $SO_3$  se generaron burbujeando nitrógeno seco a una velocidad de aproximadamente un litro por minuto a través de  $SO_3$  líquido a temperatura del ambiente.

#### EJEMPLO 46

Una muestra de tejido de punto tubular preparada con filamento estirado de 15 deniers del ejemplo 39 se colocó en un recipiente en el que ulteriormente se practicó parcialmente el vacío y se rellenoó con nitrógeno que contenía aproximadamente 25 moles por ciento de vapores de  $SO_3$ . El tejido tubular se sacó inmediatamente del recipiente al cabo de medio segundo de exposición y se lavó en agua. Los filamentos del tejido tubular tenían una apariencia deslustrada y opaca después del lavado con agua.

#### EJEMPLO 47

Una muestra del filamento del nylon estirado de 15 deniers del ejemplo 39 se expuso a una atmósfera de gas de



cloruro de hidrógeno esencialmente 100 % anhidro en el aparato ilustrado en la figura 8. El HCl gaseoso obtenido de una botella de gas comprimido se utilizó en lugar de la mezcla de nitrógeno  $SO_3$ .

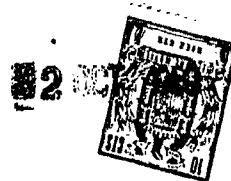
5. El filamento que se recogió a una velocidad de 2,13 metros por minuto se deslustró y volvió opaco en contacto con el agua. El grado de deslustramiento pareció ser un poco menor que el de la muestra tratada con  $SO_3$  del ejemplo 40. La fotomicrografía de luz reflejada ilustrada en la figura 11 demuestra la capacidad mucho mayor de difusión de la luz de la muestra tratada con  $SO_3$  del ejemplo 43. Se comprende la velocidad del tratamiento de  $SO_3$  cuando se considera que esta muestra deslustrada con HCl se preparó empleando un tiempo de exposición de 30 segundos con una atmósfera de gases de HCl al 100 % mientras que el filamento deslustrado con  $SO_3$  se expuso aproximadamente durante un segundo a una atmósfera de aproximadamente moles % de vapores de  $SO_3$ .

#### EJEMPLO 48

20. Una muestra del filamento de nylon estirado de 15 deniers del ejemplo 39 se expuso a la acción de una muestra de HCl gaseoso siguiendo el procedimiento experimental del ejemplo 46 a excepción de que el filamento se recogió a una velocidad de 4,56 metros por minuto. La muestra resultó deslustrada y opaca. Un valor de brillo de contraste de 69,0 demuestra que esta muestra con una exposición de 6 segundos a la acción del gas HCl al 100 % se deslustra mucho menos que cualquiera de las muestras deslustradas durante un segundo de exposición a los vapores de  $SO_3$ .

#### EJEMPLO 49

30. Se hizo pasar una muestra de filamento de nylon esti-



rado de 15 deniers del ejemplo 39 a través de ácido fórmico al 98 % y después a través de un baño de agua. El filamento se deslustró y se volvió opaco en el tratamiento. No obstante, a medida que el filamento pasó sobre una guía una gran cantidad de esta materia opaca se desprendió del filamento depositándose en forma de polvo sobre la guía. En algunos puntos llegó a desaparecer el deslustramiento del filamento.

EJEMPLO 50

Un filamento de poliéster estirado (tereftalato de polietileno) especialmente preparado de aproximadamente 15 deniers se expuso a la acción vapores de  $SO_3$  utilizando el procedimiento experimental descrito en el experimento 39. El filamento resultó ligeramente deslustrado. Una fotomicrografía electrónica ilustrada en la figura 12 indica que la superficie del filamento se volvió áspera por la acción del tratamiento. No obstante, se observó que el  $SO_3$  parecía deslustrar el filamento de poliéster solamente si el filamento se ponía en contacto con  $SO_3$  líquido. El contacto con  $SO_3$  líquido se produjo por la condensación de  $SO_3$  en el filamento ó en los lugares del aparato por los que el filamento pudo pasar a través del líquido.

El procedimiento del presente invento proporciona un método nuevo y perfeccionado para aglutinar tramas fibrosas en una operación continua y proporcionar telas de un modo económico y de un gran comportamiento. Las telas producidas según este invento no contienen un aglutinante externo y por consiguiente ofrecen la ventaja de hallarse compuestas por un 100 % de contenido de fibra. Las telas no quedan limitadas a tratamientos especiales que no hubieran de afectar perjudicialmente a los aglutinantes utilizados hasta el momento pre-



sente para aglutinar estructuras no tejidas. Por consiguiente, las telas de este invento poseen más propiedades deseables y características de las telas tejidas que las telas no tejidas aglutinadas por medios tradicionales.

5. Lo expuesto anteriormente ilustra también con ejemplos a los expertos en la materia que el presente invento puede emplearse para alterar la forma y propiedades físicas de los filamentos elásticos sintéticos. Además es evidente que se pueden obtener propiedades mejoradas distintas a las enumeradas al llevar al terreno de la práctica el invento expuesto así como las modificaciones y cambios en dicha práctica que se habrán evidenciado por la descripción hecha en la presente memoria.
- 10.

- NO T A -

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacer se constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Pa tente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA TELA AGLUTINADA EN FORMA AUTOGENA; caracterizándose por lo siguiente:
- 20.

25. 1ª.- Procedimiento para la producción de una tela aglutinada en forma autógena, caracterizado porque comprende formar una esterilla fibrosa compuesta por lo menos de un 10% de fibras de poliamida, cuyas fibras de poliamida se tocan entre sí en un número sustancial de puntos de intersección; exponer dicha esterilla a la acción de un activador gaseoso durante un tiempo suficiente para permitir que dicho activa-
- 30.



dor penetre en las capas superficiales de dichas fibras; y eliminar el activador gaseoso de las fibras.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el proceso se realiza en forma continua.

5. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se impone una fuerza sobre dichas fibras.

10. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la fuerza impuesta sobre dichas fibras se produce por el encogimiento de dicha fibra inducido después de la formación de la esterilla fibrosa.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como activador gaseoso se emplea trifluoruro de boro.

15. 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como activador gaseoso se emplea un haluro de hidrógeno.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque como activador gaseoso se emplea cloruro de hidrógeno.

20. 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como activador gaseoso se emplea una mezcla de cloruro de hidrógeno y aire.

25. 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las fibras se exponen a la acción del activador gaseoso por espacio de un segundo a cinco minutos a temperaturas inferiores al punto de fusión de dichas fibras.

10ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aglutinamiento se realiza en condiciones completamente anhidras.

30. 11ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-



terizado porque el activador gaseoso se elimina mediante el lavado de la tela con agua.

12<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el activador gaseoso se elimina con calor.

5. 13<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque dicha fuerza se impone sobre las fibras después de que dichas fibras han sido sometidas a la acción del activador gaseoso.

10. 14<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque para aglutinar en forma autógena poliamidas, se ponen en contacto dos estructuras de poliamida; se someten las estructuras de poliamida a la acción del activador gaseoso durante un tiempo suficiente para permitir la absorción superficial de dicho activador y se elimina el activador gaseoso de las estructuras.

15. 15<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la presión se impone después de que las estructuras de poliamida han sido sometidas a la acción del activador gaseoso.

20. 16<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque las estructuras de poliamida se prensan entre sí antes y después de ser sometidas al activador gaseoso.

25. 17<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque para la preparación de estructuras autoligadas, se forma un artículo moldeado ó conformado a partir de elementos que contienen poliamida; se expone el artículo moldeado ó conformado a una atmósfera de gas de trióxido de azufre durante un tiempo suficiente para permitir la absorción superficial de dicho gas, y se lava el artículo moldeado ó conformado para eliminar el trióxido de
- 30.

2 OCT 1954

azufre, por lo que se forman uniones entre los elementos que contienen poliamida en los puntos de contacto de intersección.

5. 18ª.- Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque el artículo moldeado ó conformado se comprime antes de eliminar el trióxido de azufre.

19ª.- Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque los elementos que contienen poliamida son tiras de películas de nylon.

10. 20ª.- Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque los elementos que contienen poliamida son filamentos de nylon.

15. 21ª.- Procedimiento según la reivindicación 20, caracterizado porque los filamentos se componen por nylon y al menos otra materia sintética.

22ª.- Procedimiento según la reivindicación 20, caracterizado porque los filamentos se mezclan al menos con otro tipo de fibra cortada.

20. 23ª.- Procedimiento según la reivindicación 22, caracterizado porque el artículo moldeado ó conformado se compone por un 10 a un 90 % de nylon y un 90 a un 10 % de poliéster.

25. 24ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque para producir un material laminar no tejido autoaglutinado, se forma un bloque fibroso compuesto por un 10 % en peso por lo menos de fibras de poliamida; se consolida la trama para causar el contacto entre las fibras que se interceptan en un número sustancial de puntos para formar una lámina no tejida compacta; se expone la lámina compacta no tejida a la acción de una atmósfera del gas de trióxido de azufre durante un período que cause la

30.



penetración superficial de dichas fibras, y se elimina el trióxido de azufre de la lámina no tejida en una solución acuosa de una base.

5. 25ª.- Procedimiento según la reivindicación 24, caracterizado porque el tiempo de exposición es de por lo menos 1 segundo.

26ª.- Procedimiento según la reivindicación 24, caracterizado porque la atmósfera se compone de una atmósfera de un gas inerte y gas de trióxido de azufre.

10. 27ª.- Procedimiento según la reivindicación 24, caracterizado porque el bloque fibroso se comprime antes de ser expuesto a la acción de la atmósfera gaseosa.

15. 28ª.- Procedimiento según la reivindicación 24, caracterizado porque el bloque fibroso se comprime después de haber sido expuesto a la acción de la atmósfera gaseosa.

29ª.- Procedimiento según la reivindicación 24, caracterizado porque las fibras se componen de nylon y al menos otra materia sintética.

20. 30ª.- Procedimiento según la reivindicación 24, caracterizado porque el bloque fibroso se compone de fibras de nylon y al menos otro tipo de fibras.

25. 31ª.- Procedimiento según la reivindicación 30, caracterizado porque el bloque fibroso se compone de un 10 a un 90 % de fibras de nylon y de un 90 a un 10 % de fibras de poliéster.



32ª.- Procedimiento para la producción de una tela aglutinada en forma autógena, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

5. Esta Memoria consta de 60 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

2 OCT. 1969

MONSANTO COMPANY

GOMEZ & P...  
Firmado: F. Hernández Ruiz

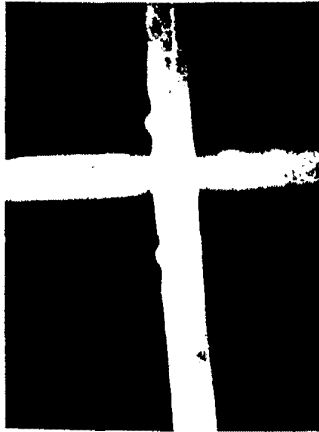


FIG. 1



FIG. 2



FIG. 3



FIG. 4

*[Handwritten signature]*

Madrid

*[Faint, illegible text]*

LA  
VARIABLE



FIG. 5

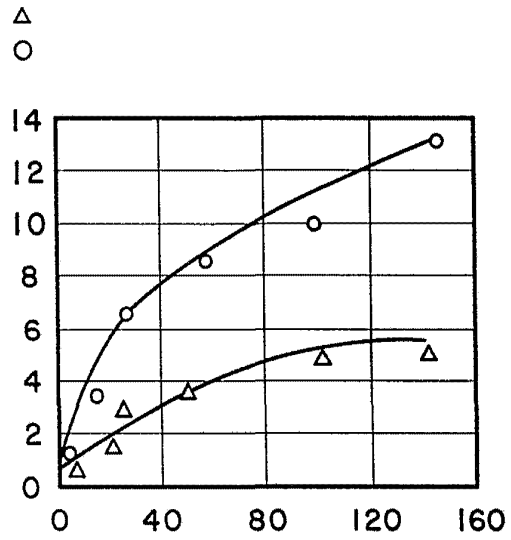
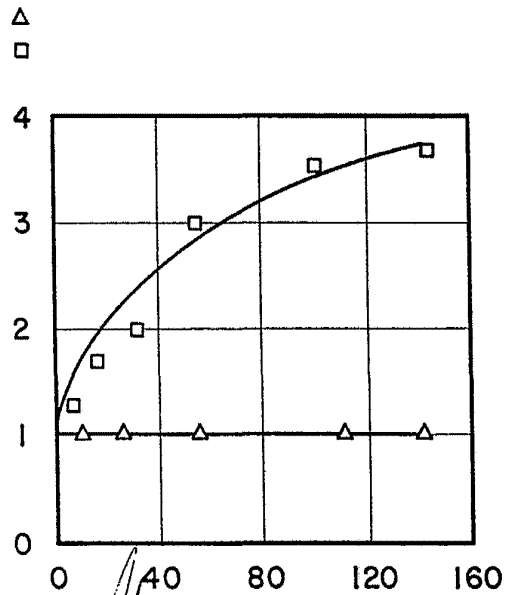


FIG. 6



REPT. 100  
MAY 1950  
RODRIGUEZ, ROYO Y MEDINA  
Ingenieros de la Universidad de Chile



VARIABLE

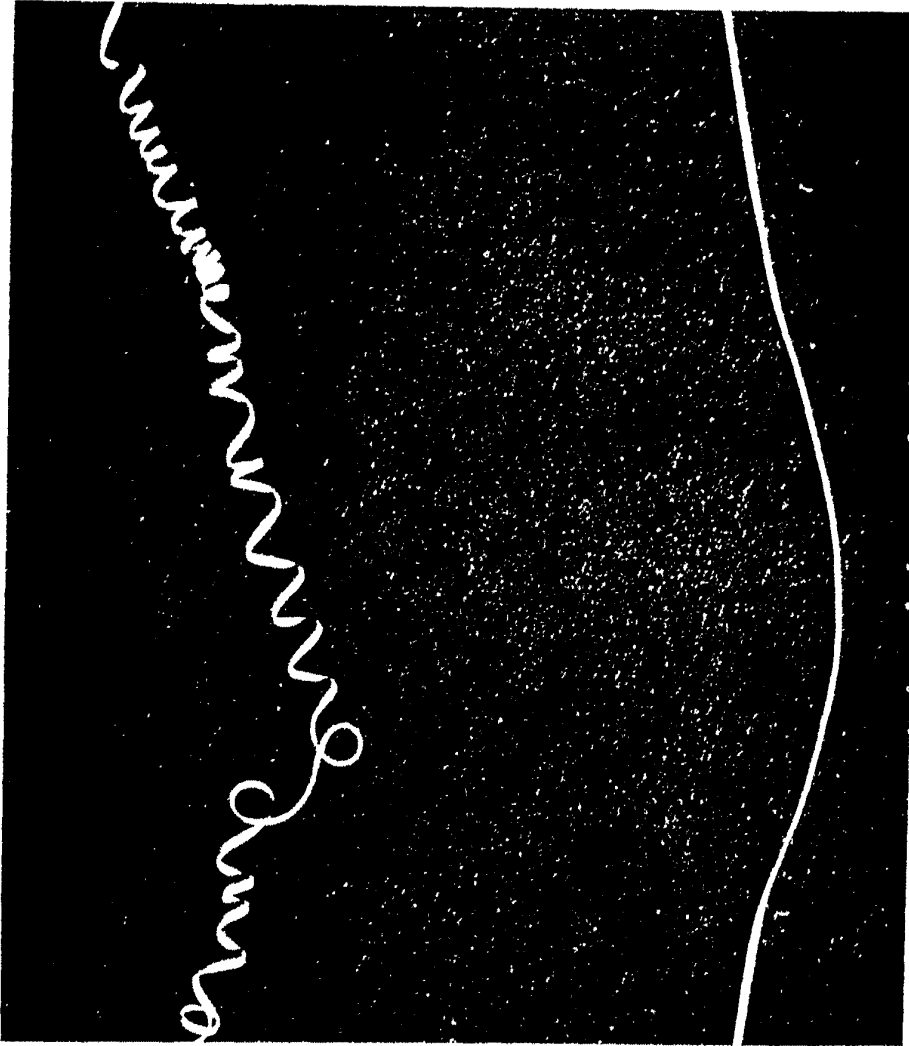
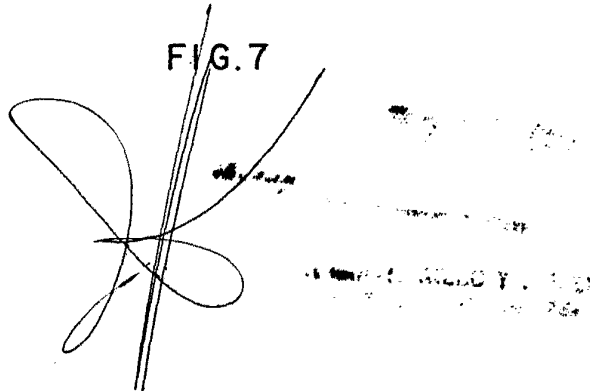


FIG. 7





ESCALA  
VARIABLE

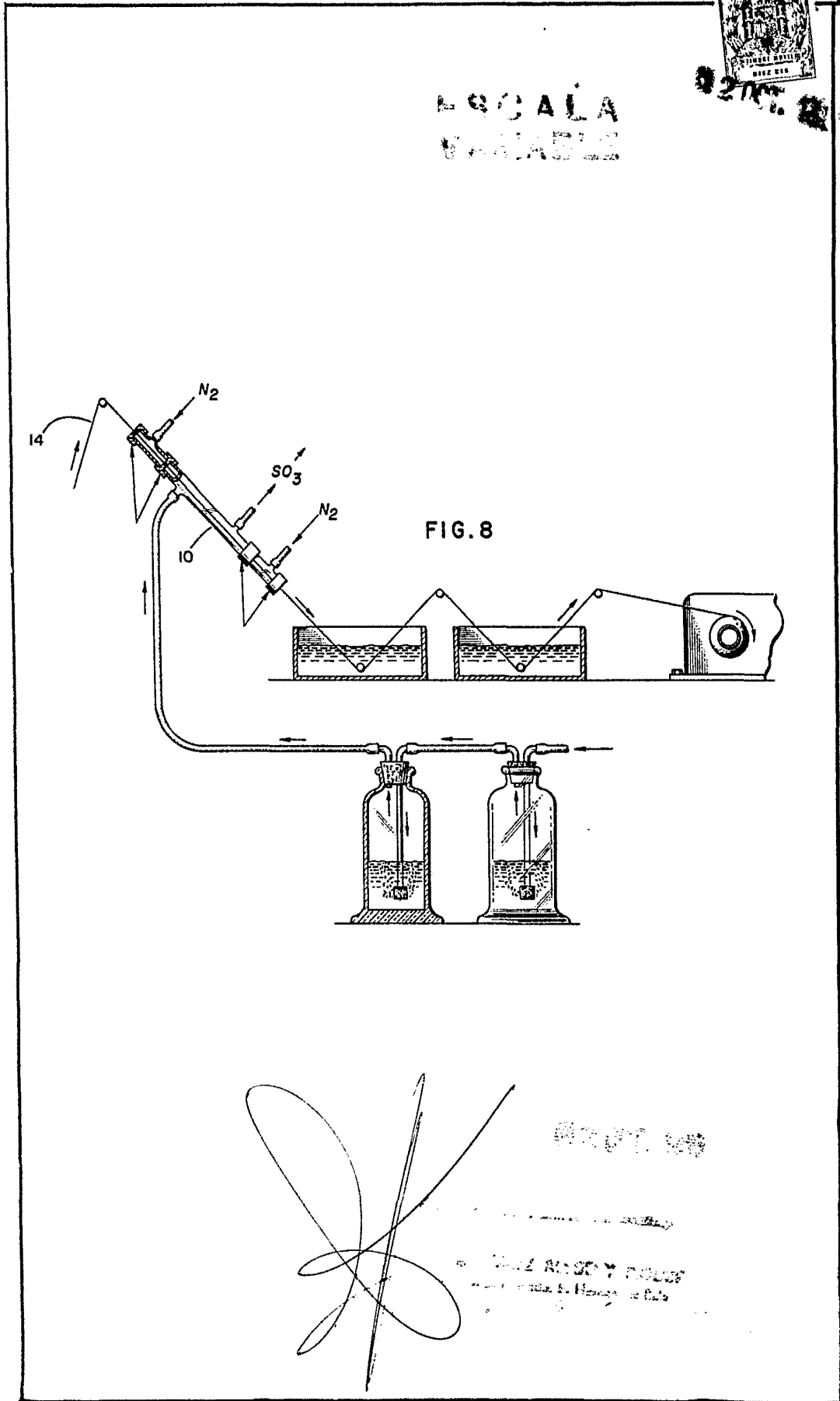


FIG. 8

355586

LA  
VARIABLE



FIG. 9

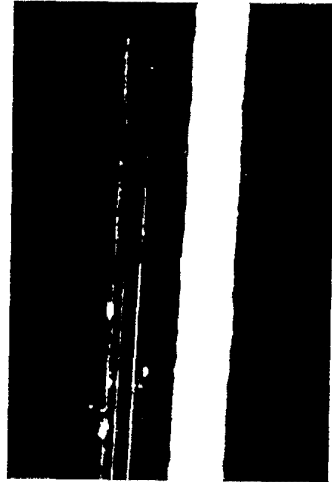


FIG. 10

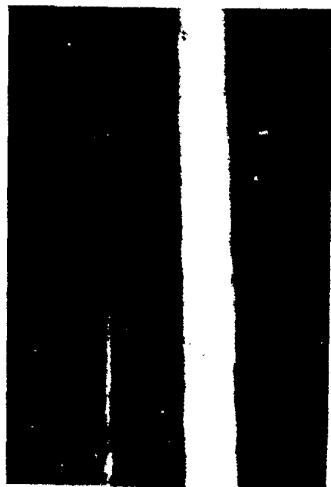


FIG. 11



FIG. 12

*[Handwritten signature]*

NOV 190  
A. MONTANO  
Monsanto Company