


361964

PATENTE DE INVENCION

Le A 11 212-Sp.

-----	SECRETARIA TECNICA
	CLASIFICACION I. P. C.
	CLASE <u>C 08</u>
	SUBCLASE <u>j</u>
	28 DIC 1901
	

Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR ARTICULOS CONFORMADOS
ANTIELECTROSTATICOS".

Solicitante

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad
alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Ale-
mania.

La presente invención se relaciona con
un procedimiento para producir artículos conformados
antielectrostáticos a partir de polímeros superiores.
Estos artículos poseen, como agentes antiestáticos,
5. compuestos que contienen radicales de poliglicoléter



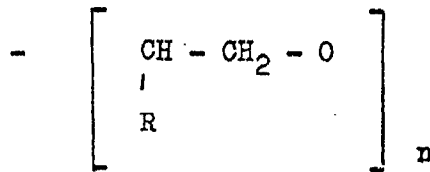
unidos a través de un enlace de Si - O.

- Ya se sabe que los artículos conformados, preparados a partir de materiales sintéticos, semi-sintéticos y naturales, desarrollan frecuentemente
5. una carga electrostática, tanto durante el procesado como durante la aplicación práctica. Este fenómeno indeseable es atribuible a la separación de carga de partículas eléctricamente neutras, a través de contacto, fricción y así sucesivamente. La disipación de cargas electrostáticas es gobernada por la resistencia superficial eléctrica y, por lo tanto por la conductividad superficial eléctrica. Cualquier reducción en la resistencia superficial eléctrica, es decir una mejora en la conductividad superficial eléctrica, elimina muy
10. rápidamente estas cargas electrostáticas y evita que se acumulen en la superficie del artículo conformado particular.

- Se sabe que la presencia de polietilenglicoléteres en artículos conformados de polímeros sintéticos, evita en gran parte la formación de carga electrostática (véase Especificación de Patente Belga nº 631.199). Desafortunadamente, el efecto obtenido es incapaz de resistir el lavado, es decir, después de sólo unos cuantos lavados la resistencia superficial eléctrica de los artículos conformados antiestáticamente acabados en esta forma, es casi tan elevada como aquella de los artículos conformados no tratados.
- 20.
- 25.

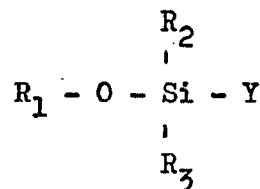
- Se ha encontrado ahora que las sustancias en las cuales se une por lo menos un radical con una cadena lineal o ramificada de 6 a 26 átomos de car-
- 30.

bono, a través de enlaces de Si - O a, por lo menos, un radical que contiene una cadena ^{de} poliglicoléter de estructura:

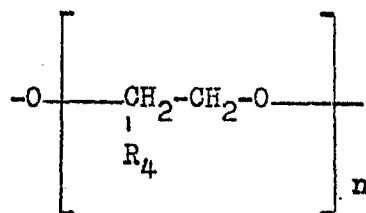


5. en la que n representa un número de 5 a 250 y R representa hidrógeno o metilo, producen un efecto antielectrostático, sustancialmente resistente al lavado, en polímeros superiores.

Los compuestos anti-electrostáticamente activos corresponden a la fórmula general:



10. en la cual R₁ representa un radical alquilo de 6 a 26 átomos de carbono, R₂ y R₃ representan cada uno un radical alquilo inferior, el radical -O-R₁ ó Y, e Y representa el radical:





en el que R_4 representa hidrógeno o metilo y n es un entero de 5 a 250.

- Se prefiere usar compuestos que contienen silicio, tal como pueden obtenerse haciendo reaccionar
5. un compuesto de clorosilicio, tal como tetracloruro de silicio o metiltriclorosilano; con un alcohol graso que contiene de 8 a 20 átomos de carbono y un polietilenglicol con un peso molecular de 200 a 5.000, como sustancias antielectrostáticamente activas para artículos conformados fabricados a partir de polímeros superiores, preferiblemente poliamidas.
- 10.

Los compuestos se preparan por medio de métodos conocidos.

- Por ejemplo, el compuesto de clorosilicio
15. puede hacerse reaccionar inicialmente con el alcohol graso y después con el poliglicoléter en un disolvente inerte, tal como tolueno. El disolvente puede después eliminarse por destilación, opcionalmente bajo vacío. El residuo contiene los compuestos usados de acuerdo con la invención.
- 20.

- Los siguientes son ejemplos de alcoholes grasos adecuados; 2-etil-n-hexanol, n-octan-1-ol, nonan-1-ol, decan-1-ol, dodecan-1-ol, hexadecan-1-ol, octadecan-1-ol y octadec-9-en-1-ol. Incluyen poliglicoléteres adecuados, por ejemplo, los productos de adición de óxido de etileno y/u óxido de propileno con etilenglicol, propilenglicol, metanol, etanol, propanol y butanol. Los compuestos usados de acuerdo con la invención pueden añadirse a la poliamida como
25. agentes antielectrostáticos ya sea antes, durante o des
- 30.



pués de la polimerización de las sustancias formadoras de poliamida. Sin embargo, es también posible, desafortunadamente, distribuir las sustancias antielectrostáticas, opcionalmente en la forma de concentrados, por ejemplo en las poliamidas correspondientes, en las poliamidas durante o después de la polimerización ya sea continuamente o a intervalos por medio de unidades mezcladoras adecuadas tales como agitadores, amasadores, tornillos sinfín o extrusores.

5. Además de las poliamidas antes mencionadas, incluyen ejemplos de polímeros superiores adecuados poliésteres, poliolefinas, poliacrilatos, cloruros de polivinilo, polivinilacetales, polivinilidenos, poliéstirenos, policarbonatos, ésteres de celulosa, sus mezclas y copolímeros.

10. Los polímeros pueden también contener los aditivos usuales tales como pigmentos, colorantes, estabilizadores a la luz y al calor, brillantadores ópticos, rellenos tales como fibra de vidrio o asbesto, plastificantes, agentes liberadores de molde, terminadores de cadena, estimuladores de la cristalización, agentes promotores de difusión y así sucesivamente.

15. Los polímeros que contienen estos compuestos antielectrostáticamente activos pueden convertirse en artículos conformados tales como materiales químicos, películas, cerdas, fibras, filamentos, o productos obtenidos a partir de ellos, tales como telas tejidas o tejidos de punto.

20. Los compuestos usados de acuerdo con la invención se añaden en cantidades de 0,2 a 30% en

25.
30.



28 DIC. 1962

peso y preferiblemente en cantidades de 0,5 a 20% en peso.

Preparación de los compuestos antielectros
táticamente activos usados de acuerdo con la invención.

5. Sustancia A

Se añadieron, durante un período de 20 minutos a 10 - 15°C, a 392 g de triclorometilsilano, en 1 litro de tolueno, 980 g de alcohol estearílico disuelto en 1,5 litros de tolueno. La mezcla se calentó después durante 2 horas a 65°C, después de lo cual se añadieron rápidamente a 20°C, 1,120 g de polietilenglicoléter de peso molecular 400. Esto fue seguido por calentamiento durante 1 horas a 65°C, después de lo cual el disolvente se destiló hasta una temperatura de calderín de 200°C, siendo eliminado el resto de los componentes volátiles a 200°C/12 Torr.

Se obtiene un residuo incoloro (sustancia A) en una cantidad de 2.180 g.

Sustancia B

20. Se añadieron, durante un período de 30 minutos a 10 - 15°C, a 84 g de triclorometilsilano, en 200 ml. de tolueno, 210 g de alcohol estearílico en solución en 400 ml. de tolueno. La mezcla se calentó después durante 2 horas a 65°C, después de lo cual se añadieron tan rápidamente como fue posible a 20 °C 2.400 g de polietilenglicol de peso molecular 4.000. El producto de reacción se procesó después en la misma forma que la sustancia A.

30. Se obtuvo un residuo incoloro (Sustancia B) en un rendimiento de 2.640 g.

Los siguientes ejemplos ilustran más particularmente la invención.

EJEMPLO 1

- Se añadieron gota a gota, durante un período de 1 hora, a un prepolímero de 396 partes en peso de omega-caprolactama, 44 partes en peso de ácido omega-aminocaprónico y 22 partes en peso de ácido benzoico, 110 partes en peso de la Sustancia A. Al terminarse la reacción de policondensación, la mezcla de reacción se hiló a un filamento de 2,0 mm de espesor, el cual se cortó subsecuentemente en piezas. Las piezas o pedazos resultantes se mezclaron con pedazos de poliamida convencionales, de manera que la sustancia A estuviera presente en una concentración del 2% en peso. Después de hilar a través de una máquina de hilatura por fusión del tipo de tornillo, se produjeron piezas moldeadas o artículos conformados a partir del filamento resultante y los pedazos producidos a partir del mismo. Después de acondicionamiento a 23°C/50% de humedad relativa, la resistencia superficial eléctrica de estas piezas moldeadas, como se midió con un electrodo de Stahl-Schneiden de acuerdo con DIN 53596, alcanzó $1,1 \times 10^{11}$ Ohms; una pieza de moldeo de comparación sin ninguno de los aditivos tuvo una resistencia superficial eléctrica de $4,1 \times 10^{12}$ Ohms.

EJEMPLO 2

Se hilaron a filamentos en una máquina de hilatura por fusión del tipo de tornillo pedazos preparados de acuerdo con el Ejemplo 1, y los filamentos



28 Dic 1958

- resultantes se estiraron en la forma usual, El denier final de cada filamento alcanzó 15 den. Los filamentos se cortaron después a una longitud corta de 100 mm. Las fibras cortas así obtenidas se lavaron con un detergente fino a 60°C en una máquina lavadora automática con cinco ciclos de enjuague, y después se secaron en un secador Revolvedor durante 30 minutos a 80°C. Después del acondicionamiento a 23°C/50% de humedad relativa, la resistencia superficial eléctrica alcanzó $9,9 \times 10^{10}$ Ohms después de un lavado, y $3,6 \times 10^{11}$ Ohms después de varios lavados. La resistencia superficial eléctrica de una muestra de comparación alcanzó $9,4 \times 10^{12}$ Ohms después de un lavado y $8,4 \times 10^{12}$ Ohms después de varios lavados.

15.

EJEMPLO 3

- Se introdujo continuamente la sustancia A por medio de una bomba de dosificación a un baño de fusión de poliamida acompañado en una máquina de hilatura por fusión del tipo de tornillo, La velocidad de rotación del tornillo se ajustó a fin de proveer un efecto óptimo de mezclado. La sustancia A se introdujo en una cantidad total de 2% en peso. Después de que se había hilado un alambre o filamento de 2,0 mm de espesor, se cortó a pedazos. Después de acondicionamiento a 23°C/50% de humedad relativa, las piezas moldeadas preparadas a partir de estos pedazos tuvieron una resistencia superficial eléctrica de $2,0 \times 10^{11}$ Ohms. La resistencia superficial eléctrica de una pieza moldeada de comparación sin ningún aditivo alcanzó $4,1 \times 10^{12}$ Ohms.

20.

25.

30.



EJEMPLO 4

Los pedazos obtenidos de acuerdo con el Ejemplo 3 se hilaron como se describió en el Ejemplo 2. Resistencia superficial eléctrica después de un lavado $8,3 \times 10^{10}$ Ohms, después de varios lavados $2,7 \times 10^{11}$ Ohms. La resistencia superficial eléctrica de una muestra de comparación alcanzó $9,4 \times 10^{12}$ Ohms después de un lavado y de $8,4 \times 10^{12}$ Ohms después de varios lavados.

10. Si la sustancia B se usa en lugar de la sustancia A en los ejemplos precedentes, se obtienen nuevamente resultados altamente satisfactorios. En contraste, se obtienen resultados desfavorables con polietilenglicoles de acuerdo con la Especificación de Patente Belga No. 631.199.

15. Los resultados de ensayo se establecen en el siguiente Cuadro:

C U A D R O

Sustancia	% de Adición en peso	Procedimiento de conformidad con el Ejem.	Resistencia Pieza Moldeada	superficial Fibra corta después del primer lavado	Electrica (Ohms) Fibra corta después de varios lavados
-----------	----------------------	---	----------------------------	---	--

A	2	1	$1,1 \times 10^{11}$		
		2		$9,9 \times 10^{10}$	$3,6 \times 10^{11}$
		3	$2,0 \times 10^{11}$		
		4		$8,3 \times 10^{10}$	$2,7 \times 10^{11}$
	4	1	$9,3 \times 10^{10}$		
		2		$6,0 \times 10^{10}$	$3,0 \times 10^{11}$
		3	$4,7 \times 10^{10}$		
		4		$7,1 \times 10^{10}$	$2,5 \times 10^{11}$



CUADRO.- (Continuación)

B	2	1	$2,4 \times 10^{11}$		
		2		$8,2 \times 10^{10}$	$2,5 \times 10^{11}$
		3	$9,0 \times 10^{10}$		
		4		$9,4 \times 10^{10}$	$5,4 \times 10^{11}$
	4	1	$8,2 \times 10^{10}$		
		2		$6,1 \times 10^{10}$	$2,1 \times 10^{11}$
		3	$8,7 \times 10^{10}$		
		4		$7,8 \times 10^{10}$	$2,2 \times 10^{11}$
<hr/>					
Poliétilen glicol.	2	1	$3,6 \times 10^{12}$		
Peso molecular de 10.000 de acuerdo con la Especificación de Patente Belga No. 671.199		2		$3,8 \times 10^{12}$	$4,0 \times 10^{12}$
		3	$1,4 \times 10^{12}$		
		4		$1,4 \times 10^{12}$	$3,2 \times 10^{12}$
	4	1	$8,4 \times 10^{11}$		
		2		$9,1 \times 10^{11}$	$2,7 \times 10^{12}$
		3	$2,6 \times 10^{11}$		
		4		$2,4 \times 10^{12}$	$1,8 \times 10^{12}$
<hr/>					
Comparación (sin aditivos)		1	$4,1 \times 10^{12}$	$9,4 \times 10^{12}$	$8,4 \times 10^{12}$

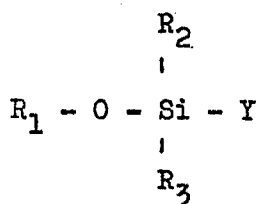
NOTA

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modifica-

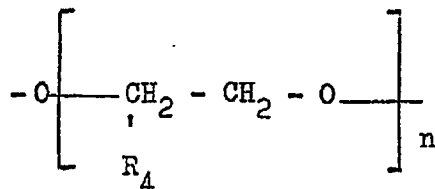


5. ciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento, corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania, bajo el nº P 16 94 235.1, con fecha 28 de diciembre de 1.967, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años, en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR ARTICULOS CONFORMADOS ANTIELECTROSTATICOS"; caracterizándose por lo siguiente:

10. 1.- Procedimiento para producir artículos conformados antielectrostáticos, caracterizado porque comprende mezclar un polímero sintético de peso molecular elevado con 0,2 a 30% en peso, basado en el poli-
 15. mero, de un compuesto de silicio, antielectrostáticamente activo, de fórmula:



20. en la que R₁ representa un radical alquilo con 6 a 26 átomos de carbono, R₂ y R₃ representan cada uno un radical alquilo inferior, el radical -O-R₁ ó Y, e Y representa el radical





28 DIC 1968

en el que R⁴ representa hidrógeno o metilo y n es un entero de 5 a 250.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como polímero sintético de alto peso molecular se mezcla policaprolactama.

3.- Procedimiento para producir artículos conformados antielectrostáticos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

28 DIC. 1968
Madrid,

FARBENFABRIKEN BAYER
AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GOMEZ DE SU...
p. p. Firmado: A. GARCIA BRAVO