

Cas 0.361

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. M. C.
CLASE <u>B 29 / D 0</u>
CLASE <u>D / D</u>



369070

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FIBRAS POLIOLEFINICAS", a favor de la firma italiana MONTECATINI EDISON S.p.A., residente en MILAN (Italia), 31 Foro Buonaparte.

=.=

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la preparaci3n de fibras textiles, a base esencialmente de pol3meros olefinicos, que est3n dotadas de caracter3sticas mejoradas.

M3s particularmente, este invento se refiere a la preparaci3n de fibras textiles por extrusi3n de pol3meros olefinicos o de mezclas de dichos pol3meros con modificantes tint3reos que contienen nitr3geno, y en particular de mezclas de poliolefinas y de policondensados nitrogenados b3sicos de epichlorohidrina.

10. Los pol3meros olefinicos que se describen en este

**POOR
QUALITY**



invento comprende las poliolefinas, constituidas esencialmente por macromoléculas isotácticas, que se obtienen por polimerización a presión baja con catalizadores estereoespecíficos.

5. Como poliolefina se emplea generalmente el polipropileno constituido esencialmente por macromoléculas isotácticas que se obtiene por polimerización estereoespecífica del propileno. Son asimismo aptas para la aplicación según este invento las poliolefinas cristalinas que se obtienen por polimerización de monómeros de la fórmula $R-CH=CH_2$, en la que R es un grupo alquílico.

10. Se conocen procedimientos para la preparación de fibras poliolefínicas en los que generalmente las fibras, obtenidas por extrusión de poliolefina o de su mezcla con modificadores tintóreos, se someten a estiramiento para aumentar sus características mecánicas; sin embargo, hasta ahora no ha sido posible con los métodos tradicionales impartir a las fibras poliolefínicas valores particularmente buenos para ciertas características específicas, como recuperación al aplastamiento, ni siquiera efectuando operaciones laboriosas, delicadas y costosas de estiramiento.

15. El primer objeto de este invento es un procedimiento para la preparación de fibras olefínicas en el que, con una elección crítica de las características de la poliolefina de partida, de la sucesión de las etapas de elaboración y de las condiciones específicas de cada una de estas etapas se

20.

25.



realiza sorprendentemente el procedimiento con gran velocidad de arrollamiento y sin someter los hilos recogidos a operaciones de estiramiento y a impartir a los productos así obtenidos valores particularmente buenos de recuperación al aplastamiento.

5. Otro objeto de este invento está constituido por fibras poliolefínicas que tienen características particularmente buenas, especialmente por lo que se refiere a la recuperación al aplastamiento y al punto de cedencia (yield point). Estas características permiten obtener notables ventajas en ciertas aplicaciones (por ejemplo, tapices) de las fibras poliolefínicas.

En efecto, hemos descubierto con sorpresa, y esto constituye el objeto del invento, que se obtienen fibras textiles dotadas de características mejoradas, particularmente por lo que atañe a la recuperación al aplastamiento y con valores de cedencia comprendidos en una gama preferencial, por extrusión de poliolefinas o mezclas de poliolefinas con polímeros o copolímeros de condensación nitrogenados básicos, según las etapas de operación siguientes:

15. 1) extrusión de poliolefinas caracterizadas por escaso índice de fusión, o de sus mezclas con modificadores tintóreos, pigmentos, estabilizadores, opacificantes, etc., a gran velocidad de arrollamiento y con temperaturas de extrusión relativamente bajas, tales que permitan obtener hilos con un punto de cedencia comprendido en un intervalo crítico;



- 2) supresión de cualquier operación convencional de estiramiento sobre el hilo recogido, que por el contrario se somete de preferencia a rizamiento; y
- 3) tratamiento térmico de las fibras rizadas.

5. Según un aspecto de este invento, se emplean poliolefinas de preferencia polipropileno constituido esencialmente por macromoléculas isotácticas, que tenga un índice de fusión de 1 a 10 ($[\eta]$ comprendida entre 2,35 y 1,70). Según otro aspecto de este invento, la extrusión de la poliolefina formadora de fibra, con índice de fusión de 1 a 10, o de sus mezclas, se efectúa ventajosamente a temperatura no superior a 250°C y con velocidad de arrollamiento superior a 400 m/minuto.

15. A las poliolefinas puede añadirse modificadores tintóreos, opacificantes, pigmentos colorantes (orgánicos o inorgánicos), estabilizadores, lubricantes dispersantes sólidos y similares.

20. Como modificadores tintóreos son particularmente aptos los polímeros y copolímeros de condensación nitrogenados básicos preparados según patentes anteriores a favor de la peticionaria.

25. En particular, son aptos los copolímeros de epiclo-rohidrina con diaminas bisecondarias, como los copolímeros de epiclo-rohidrina/aminas alifáticas primarias/diaminas bisecondarias heterocíclicas o bien de epiclo-rohidrina, diaminas



alifáticas bisecundarias/diaminas bisecundarias heterocíclicas, y los polímeros y copolímeros de condensación de derivados biglicídílicos de aminas con aminas primarias y diaminas bisecundarias; el modificador tintóreo preferido es el que se obtiene por condensación de epíclorohidrina, N,N'-diciclohexilhexametilendiamina y piperacina. Tales modificadores se utilizan en cantidades que abarcan de 1 a 20% en peso respecto al peso de poliolefina,

5. La mezcla de los aditivos al polímero se efectúa generalmente por simple adición de los propios aditivos, con agitación.

10. No obstante, es posible efectuar la adición también con otros métodos, como mezcla de los polímeros con una solución del aditivo en un disolvente apropiado, seguida por evaporación del propio disolvente, o adición del aditivo al polímero al final de la polimerización.

15. En el caso de las poliolefinas, las mezclas se granulan y luego se extruyen con dispositivos para la hilatura en fusión.

20. La granulación y la hilatura de las mezclas a base de poliolefinas se efectúan en ausencia de oxígeno, preferentemente en atmósfera de gases inertes (nitrógeno).

25. Como ya se ha indicado antes, uno de los aspectos principales de este invento radica en que la hilatura se efectúa con gran velocidad de arrollamiento (superior a 400 m/min).



y a temperatura no demasiado alta en el transportador de tornillo y en la hilera (en el caso del polipropileno, no superior a 250°C), de modo que se obtengan hilos con un punto de cedencia de 0,5 a 0,85 g/decitex (medidos con un dinamómetro...

5. Instron, a una velocidad de deformación de 5000% cada minuto).

Efectuando el procedimiento en las condiciones que se han especificado antes, se obtiene la ulterior ventaja de eliminar toda operación de estiramiento; por consiguiente, según un aspecto de este invento, el rizamiento (que se reali-

10. za según los métodos tradicionales) sigue a la hilatura y luego se aplica a las fibras rizadas un tratamiento térmico a temperatura entre 50° y el punto de fusión de las fibras (de preferencia, 110-130°C) por períodos de tiempo no inferiores a 5 segundos, preferentemente de 5 a 30 minutos.

15. Efectuando el procedimiento en las condiciones particulares que se han descrito antes, el punto de cedencia del hilo rizado y tratado térmicamente tiene valores que abarcan de 0,8 a 1,4 g/decitex.

20. En la hilatura de mezclas de polipropileno y polímeros o copolímeros de condensación nitrogenados básicos, es preferible someter el hilo a un tratamiento con compuestos monoeпокídicos o dieпокídicos o con otros agentes de acabado químico, como ácidos de Lewis y similares, según lo reivindicado en patentes anteriores a favor de la peticionaria y otras.

25. Dicho tratamiento puede efectuarse antes o después



del rizamiento del hilo.

- Los hilos que pueden obtenerse según este invento pueden ser monofilamentos o plurifilamentos y se usan para la preparación de hilos de filamento continuos o hebra o para
5. la preparación de hilos engrosados o hebra engrosada.

- Este invento se refiere también a las fibras así obtenidas, que se caracterizan por valores altos de recuperación al aplastamiento (500-900%, frente a valores de 200-350% para las fibras de polipropileno obtenidas por los
10. métodos tradicionales).

Los valores de recuperación al aplastamiento obtenibles según este invento hacen las fibras particularmente aptas para usarlas en la preparación de alfombras o tapices.

- Los valores de punto de cedencia de las fibras de hilatura preparadas según este invento son del orden de 0,50 a 0,85 g/decitex, y los valores sobre las fibras rizadas y tratadas térmicamente, del orden de 0,8 a 1,40 g/decitex.
- 15.

- Las fibras que contienen modificadores tintóreos preparadas según este invento son particularmente aptas para
20. usarlas en mezclas de fibras para la "tinción diferencial" y en mezclas de hilo continuo con otras fibras.

Las fibras textiles utilizadas en la producción de tapices, guatas y rellenos en general deben tener gran recuperación al aplastamiento.

25. La expresión "recuperación al aplastamiento" se usa



para significar la capacidad de una fibra, sometida a fuerte presión mecánica, de reasumir su forma de partida tan pronto como cesa la presión.

5. En el caso de los tapices, por ejemplo, las fibras están sometidas a presiones fuertes en los puntos de apoyo de las sillas y los muebles.

Estos muebles, en realidad, dejan en el tapiz marcas muy evidentes.

10. Si la recuperación al aplastamiento de la fibra utilizada en la producción del tapiz es muy alta, estas marcas se desvanecen en breve tiempo y el tapiz reasume el aspecto inicial.

15. La recuperación al aplastamiento se ha medido de la manera siguiente: en un cilindro provisto de émbolo se comprimen 2 g de fibra con presión de 300 atmósferas. Al cabo de 2 minutos se mide la altura (H_1) del disco de fibras, manteniendo siempre el material bajo presión. Luego se quita la presión para ^{que} el disco de fibras pueda distenderse libremente. Después de 30 minutos de relajación, se mide la altura (H_2) del disco distendido. La recuperación al aplastamiento se define por la fórmula siguiente:

$$\text{recuperación al aplastamiento} = \frac{H_2 - H_1}{H_1} \times 100.$$

25. Como es evidente, en la práctica todos los detalles que se han descrito antes pueden modificarse y variarse



sin que ello implique salirse del alcance de protección de este invento.

Los ejemplos que siguen se exponen para ilustrar mejor las ventajas de este invento y carecen de propósito.

5. limitativo.

EJEMPLO 1

Se preparó una mezcla de:

- polipropileno (99,5%)
 - antioxidante fenólico (0,5%) (San-tonox y TPL = tiodipropionato de laurilo).
- 10.

El polipropileno mostró un índice de fusión de 3,3; un contenido de cenizas de 0,001% y un residuo después de extracción con heptano = 97%.

Se granuló la mezcla a 210°C en atmósfera exenta de oxígeno.

15.

El material granulado se hiló con un dispositivo de hilatura en fusión y en las condiciones siguientes:

- hilera: 120 agujeros
 - diámetro de los agujeros: 1 mm
 - altura de los agujeros: 20 mm
 - temperatura del transportador de tornillo: 240°C
 - temperatura de la hilera: 240°C.
 - velocidad de arrollamiento: 920 m/minuto.
- 20.



El hilo así obtenido presentó las propiedades siguientes:

- título: 17 decitex/filamento individual
- tenacidad: 1,54 g/decitex
- 5. - alargamiento: 445%
- cristalinidad: 70%
- punto de cedencia: 0,77 g/decitex
- índice de fusión: 5,3.

10. Luego se rizó el hilo en la cámara de rizamiento, con una velocidad de alimentación de unos 100 m/min.; la temperatura de la cámara de rizamiento era de unos 100°C.

El hilo rizado se acabó y calentó a 120°C por 10 minutos.

15. La fibra resultante mostró las características siguientes:

- título: 17,5 decitex/filamento individual
- punto de cedencia: 1,3 g/decitex
- recuperación al aplastamiento: 680%.

EJEMPLO 2

20. Se preparó una mezcla que contenía:

- polipropileno (99,5%)
- antioxidante fenólico (0,5%).

El polipropileno presentaba un índice de fusión



de 9,4; un contenido de cenizas de 0,001% y un residuo, después de extracción heptánica, de 97%. Se granuló la mezcla a 205°C y en atmósfera exenta de oxígeno.

- El material granulado se hiló con un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:
5. - hilera: 120 agujeros
 - diámetro de los agujeros: 1 mm
 - altura de los agujeros: 20 mm
 - temperatura del transportador de tornillo: 230°C
 10. - temperatura de la hilera: 230°C
 - velocidad de arrollamiento: 920 m/minuto.

El hilo resultante mostró las propiedades siguientes:

15. - título: 17 decitex/filamento individual
- tenacidad: 1,15 · g/decitex
- alargamiento: 650%
- cristalinidad: 75%
- punto de cedencia: 0,63 g/decitex
- índice de fusión: 15,1.

20. Luego se rizó el hilo en la cámara de rizamiento, con una velocidad de alimentación de 100 m/minutos; la temperatura de la cámara de rizamiento era de unos 100°C.

El hilo rizado se acabó y se trató a 120°C por 10 minutos. La fibra resultante mostró las propiedades

25. siguientes:



- título: 17 decitex/filamento individual
- punto de cedencia: 0,94 g/decitex
- recuperación al aplastamiento: 600%.

EJEMPLO 3.

5. Se preparó una mezcla que contenía:

- polipropileno: (99,5%)
- antioxidante fenólico: (0,5).

El polipropileno tenía un índice de fusión de 21,4; un contenido de cenizas de 0,001% y un residuo, después de extracción heptánica, de 97%.

10.

Se granuló la mezcla a 200°C en atmósfera exenta de oxígeno.

El compuesto granulado se hiló con un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

15.

- hilera: 254 agujeros
- diámetro de los agujeros: 0,8 mm
- altura de los agujeros: 16 mm
- temperatura del transportador de tornillo: 275°C
- temperatura de la hilera: 275°C

20.

- velocidad de arrollamiento: 355 m/minuto.

El hilo resultante mostró las propiedades siguientes:

- título: 16 decitex/filamento individual



- tenacidad: 0,87 g/decitex
 - alargamiento: 945%
 - cristalinidad: 20%
 - punto de cedencia: 0,25 g/decitex
5. - índice de fusión: 55.

Se rizó el hilo en la cámara de rizamiento, con una velocidad de alimentación de 100 m/minuto; la temperatura de la cámara de rizamiento era de 100°C aproximadamente; el hilo rizado se acabó y se trató a 120°C por 10 minutos.

10. La fibra así obtenida mostró las características siguientes:

- título: 16 decitex/filamento individual
- punto de cedencia: 0,5 g/decitex.
- recuperación al aplastamiento: 300%

15. EJEMPLO 4.

Se preparó una mezcla que contenía:

- polipropileno: 97%
- copolímero de condensación de epiclorohidrina N,N'-dici-clohexilhexametildiamina piperacina: 3%.

20. El polipropileno tenía un índice de fusión de 2,8; un contenido de cenizas de 0,001 y un residuo después de extracción heptánica, de 97%.

El copolímero nitrogenado mostró una η inherente =



0,38 (medida a 25°C en solución de CHCl_3 al 0,5%).

Se granuló la mezcla en atmósfera exenta de oxígeno y a la temperatura de 210°C.

La mezcla granulada se hiló con un dispositivo

5. de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

- hilera: 120 agujeros
- diámetro de los agujeros: 1 mm
- altura de los agujeros: 20 mm
- temperatura del transportador de tornillo: 240°C

10. - temperatura de la hilera: 240°C

- velocidad de arrollamiento: 920 m/minuto.

El hilo así obtenido mostró las propiedades siguientes:

- título: 17 decitex/filamento individual
- 15. - tenacidad: 1,3 g/decitex
- alargamiento: 440%
- cristalinidad: 79%
- punto de cedencia: 0,75 g/decitex
- índice de fusión: 3,5.

20. Luego se lavó el hilo con una solución acuosa de éter diglicídico de etilenglicol al 5% y se le exprimó de manera que la fibra retuviera el 35% de la solución.

Después de dos días de envejecimiento a 40°C, se rizó el hilo en la cámara de rizamiento, con una velocidad

25. de alimentación de 100 m/minuto; la temperatura de la cámara



de rizamiento era de unos 25°C.

Luego se lavó en agua el hilo rizado, se le acabó y se le trató a 120°C por 10 minutos.

La fibra así obtenida mostró las características

5. siguientes:

- título: 17,5 decitex/filamento individual
- punto de cedencia: 1,16 g/decitex
- recuperación al aplastamiento: 805%.



REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente italiana nº 18.563 A/68 del 4.7.68.

1. Procedimiento para la preparación de fibras poliolefínicas que tienen valores particularmente buenos de recuperación al aplastamiento y de punto de cedencia, por extrusión de poliolefinas mezcladas con antioxidantes, modificadores tintóreos, opacificantes, pigmentos, colorantes, estabilizadores, lubricantes y/o dispersantes sólidos, caracterizado por extruirse a temperaturas relativamente bajas, con velocidades de arrollamiento altas y en columna, poliolefinas de índice de fusión bajo (preferentemente, en el intervalo de 1 a 10), de tal modo que se obtengan hilos para hilatura que presenten un punto de cedencia entre 0,50 y 0,85 g/decitex, someterse directamente los hilos así obtenidos a rizado (sin operaciones previas de estiramiento) y tratarse térmicamente, a temperaturas
- 10.
- 15.



entre 50°C y el punto de fusión de la poliolefina utilizada, por tiempos superiores a 5 segundos, los hilos así rizados, de manera que presenten índices de recuperación al aplastamiento superiores a 400% y un punto de cedencia situado

5. entre 0,8 y 1,40 g/decitex.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por utilizarse como poliolefina propileno constituido esencialmente por macromoléculas isotácticas.

10. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por usarse como modificadores tintóreos polímeros o copolímeros de condensación nitrogenados básicos, como los de epíclorhidrina/amina alifática primaria/diamina bisecundaria heterocíclica o de epíclorhidrina/diamina alifática bisecundaria/diamina bisecundaria heterocíclica, en
15. cantidad de 1 a 20% en peso respecto al peso de la poliolefina.

20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por efectuarse la hilatura a temperaturas en el transportador de tornillo y en la hilera, no superiores a 250°C y con velocidad de arrollamiento superior a 400 m/minuto.

5. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por efectuarse el tratamiento térmico a 110-130°C y por un período de tiempo de 5 a 30 minutos.



6. Procedimiento para la preparación de fibras poliolefínicas .

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 18 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 3 de Julio de 1969
p.a.

JAIME ISERN
p. p.

Firmado en Madrid a los tres días del mes de Julio de 1969