

79254
PATENTE DE INVENCION
O.Z. 26 107.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION P.C.
CLAS. B-29
SUBCLAS. D

378254

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE HILOS DE
POLIPROPILENO.-



Solicitante BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en 6700 Ludwigshafen,
República Federal Alemana.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de hilos de polipropileno, que comprende:

- (α) extruir polipropileno, a una temperatura de la
5. masa de 180 a 360°C, priméramente a una lámina



- de 0,03 a 4 mm de espesor, después cortar la lámina a una temperatura en la superficie de 10 a 100°C en bandas del ancho deseado, seguidamente estirar monoaxialmente y en sentido longitudinal las bandas a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10°C, pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15, ó
5. (β) extruir polipropileno a una temperatura de la masa de 180 a 360°C, priméramente a una lámina de 0,03 a 4 mm de espesor, después estirar monoaxial y longitudinalmente la lámina a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10°C, pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15 y después cortar la lámina a una temperatura en la superficie de 10 a 100°C a bandas del ancho deseado, ó
10. (γ) extruir polipropileno, a una temperatura de la masa de 180 a 360°C, priméramente a bandas o láminas de 0,03 a 4 mm de espesor, y después estirar monoaxial y longitudinalmente las bandas o láminas obtenidas a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10°C pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15 y fibrilar las bandas o láminas resultantes mecánicamente a hilos con un título medio de 1 a 100 deniers.
15. 20. 25. 30.

En los procedimientos conocidos de esta clase, se emplean como polipropilenos los tipos usuales, especialmente los que se obtienen en el mercado. Estos tipos son polipropilenos en los cuales (con una proporción en peso de polipropi-



378254

leno : tolueno de 5 : 95) menos de un 10 % en peso se disuelve en tolueno hirviendo (bajo condiciones normales) y es insoluble más de un 90 % en peso, variando muy distintamente entre sí tanto la viscosidad intrínseca como también la distribución del peso molecular de las partes solubles e insolubles; especialmente, la viscosidad intrínseca de la parte soluble es, en cada caso, considerablemente más pequeña que la de la parte insoluble. Los hilos correspondientes tienen principalmente los inconvenientes de una distribución del título relativamente ancha y ser relativamente poco resistentes a los esfuerzos mecánicos por impacto.

5. La presente invención tiene por cometido indicar un procedimiento de la clase definida al principio que permita obtener productos que carezcan de los inconvenientes antes mencionados o solo los tengan en una escala considerablemente más reducida.

10. Se ha descubierto que este cometido se puede solucionar sí, como polipropileno, se emplea una mezcla determinada de dos polipropilenos diferentes, que se diferencian bastante entre sí en su solubilidad, pero que son similares en su viscosidad intrínseca, así como en su distribución del peso molecular.

15. El objeto de la presente invención es por lo tanto un procedimiento para la obtención de hilos de polipropileno, que comprende (α) extruir polipropileno, a una temperatura de la masa de 180 a 360°C, priméramente a una lámina

20.

25.

30.

-378254



- de 0,03 a 4 mm de espesor, después cortar la lámina a una temperatura en la superficie de 10 a 100^o C en bandas del ancho deseado, seguidamente estirar monoaxialmente y en sentido longitudinal las bandas a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10^o C, pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15, ó
5. (β) extruir polipropileno a una temperatura de la masa de 180 a 360^o C, priméramente a una lámina de 0,03 a 4 mm de espesor, después estirar monoaxial y longitudinalmente la lámina a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10^o C, pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15 y después cortar la lámina a una temperatura en la superficie de 10 a 100^o C a bandas del ancho deseado, ó
10. (γ) extruir polipropileno, a una temperatura de la masa de 180 a 360^o C, priméramente a bandas o láminas de 0,03 a 4 mm de espesor, y después estirar monoaxial y longitudinalmente las bandas o láminas obtenidas a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10^o C pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15 y fibrillar las bandas o láminas resultantes mecánicamente a hilos con un título medio de 1 a 100 deniers.
15. 20. 25. 30.

El procedimiento según la presente invención se caracteriza porque como polipropileno se emplea una mezcla de

378254



- a) 70 a 80 partes en peso de un polipropileno del que ¹⁹⁷⁷
(con una proporción en peso polipropileno :
tolueno de 5 : 95) menos de un 1 % en peso (bajo
condiciones normales) es soluble en tolueno hir-
viendo, y
5. b) 20 a 30 partes en peso de un polipropileno, del que
(con una proporción en peso polipropileno : to-
lueno de 5 : 95) más de un 99 % en peso (bajo con-
diciones normales) es soluble en tolueno hirviendo,
10. bajo las condiciones de que (I) la suma de las partes
en peso de a) y b) ascienda respectivamente a 100, (II)
los polipropilenos de a) y b) tengan respectivamente,
(aproximadamente) las mismas viscosidades intrínsecas,
así como también (aproximadamente) las mismas distri-
buciones del peso molecular (determinadas según el mé-
todo de cromatografía de permeabilización de gel) y
15. (III) los valores absolutos de las viscosidades intrín-
secas $[\eta]$ (medido en decalina a 130°C) se encuentren
respectivamente en la zona de 1 a 10, preferentemente
de 1,2 a 3,8.
20. (Bajo la expresión "(aproximadamente) las mis-
mas", se entenderá que ninguno de los datos caracterís-
ticos correspondientes varía en más de un $\pm 5\%$ del
valor medio de los dos datos característicos en cuestión).
25. Este procedimiento permite la obtención de hi-
los que tienen una estrecha distribución del título y
que son resistentes a los esfuerzos mecánicos por impacto.
- El polipropileno a emplear en el procedimiento
de la presente invención, se puede obtener, en forma sen-
cilla, si se parte de dos hechos bien conocidos: (1) en
- 30.

378254



- la polimerización usual del propileno según Ziegler-Natta - por ejemplo en tolueno - se forma un polipropileno que se compone, respectivamente de una parte soluble y de una parte insoluble en tolueno hirviendo,
5. siendo la viscosidad intrínseca de la parte soluble considerablemente inferior a la de la parte insoluble. (2)
- En esta polimerización usual, mediante una variación adecuada de las condiciones de reacción (empleo de reguladores del peso molecular, variación de la temperatura
10. y de la presión, modificación del sistema catalítico), se puede obtener un polipropileno que en su totalidad (es decir, tanto en su parte soluble como también en su parte insoluble) tiene una viscosidad intrínseca o bien relativamente alta o bien relativamente baja.
15. En la práctica, se puede preparar en forma correspondiente, en dos operaciones independientes, un polipropileno A con - en total - una viscosidad intrínseca relativamente alta, así como un polipropileno B con - en total - una viscosidad intrínseca relativamente baja, de
20. manera que la parte del polipropileno A soluble en tolueno hirviendo tenga la misma viscosidad intrínseca que la parte del polipropileno B insoluble en tolueno hirviendo (en el caso de que los polipropilenos A y B hayan sido fabricados bajo condiciones de procesado lo
25. más similares posible, también sus distribuciones de peso molecular son en general iguales o casi iguales). Mediante mezclado - por ejemplo en una amasadora o extrusionadora - de las dos partes de producto mencionadas en último lugar, en las proporciones cuantitativas
30. necesarias, se obtiene así el polipropileno a emplear



en el procedimiento de la presente invención. Se sobreentiende, sin embargo, que en el procedimiento según la presente invención no importa la forma o manera según la cual ha sido preparado el polipropileno correspondiente, sino solamente la especificación que ha de tener este polipropileno.

5.

La realización del procedimiento de acuerdo con la presente invención, se puede efectuar en forma en sí conocida con los dispositivos y métodos usuales en la técnica, por lo que no son necesarias explicaciones más detalladas.

10.

En los ejemplos siguientes se emplea un polipropileno que se ha obtenido como sigue:

Se parte de:

15.

(A) un polipropileno convencional finamente pulverizado que se compone de una parte soluble en tolueno hirviendo y de una parte insoluble.

Las viscosidades intrínsecas $[\eta]$ (medidas en decalina a 130°C) son:

20.

parte insoluble: 3,6; parte soluble: 2,6,

(B) otro polipropileno convencional finamente pulverizado que se compone de una parte soluble en tolueno hirviendo y de una parte insoluble.

Las viscosidades intrínsecas $[\eta]$ (medidas en decalina a 130°C) son:

25.

parte insoluble: 2,7; parte soluble: 1,6.

Mediante extracción con tolueno hirviendo se aísla la parte soluble del polipropileno (A) así como la parte insoluble del polipropileno (B), después de lo cual se homogenizan estas dos partes - sus distribu

30.

- 8 378254

4 AB



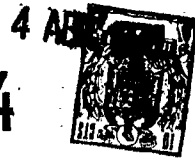
- ciones del peso molecular (determinadas según el método de cromatografía de permeabilización de gel) son aproximadamente iguales - en una proporción en peso de 25 : 75 (Extrusionadora, con granulador; temperatura en la extrusionadora: 220°). El polipropileno en granza resultante tiene un punto de fusión de los cristallitos de unos 160°C.
- 5.

Ejemplo 1

- El polipropileno en granza se extruye mediante un dispositivo usual en la técnica, a una temperatura de la masa de 220°C, a una lámina de 0,1 mm de espesor y 600 mm de ancho, después de lo cual ésta se corta, a una temperatura en la superficie de 25°C, a bandas de un ancho de 10 mm. Las bandas así formadas se estiran monoaxialmente y en sentido longitudinal, a una temperatura en la superficie de 135°C, en una proporción de 1:7, y después se fibrilan mecánicamente a hilos con un título medio de aproximadamente 20 den. Se obtiene un hilo que tiene una distribución más estrecha del título y es considerablemente más resistente a los esfuerzos mecánicos por impacto que los hilos que se han obtenido en forma análoga a partir de polipropileno convencional.
- 10.
- 15.
- 20.

Ejemplo 2

- El polipropileno en granza se extrusiona mediante un dispositivo usual en la técnica, a una temperatura de la masa de 250°C, a una lámina de 0,2 mm de espesor y 1200 mm de ancho, después de lo cual ésta se estira monoaxialmente y en sentido longitudinal a una temperatura en la superficie de 130°C, en una proporción de 1:10. La lámina así obtenida se corta entonces, a una
- 25.
- 30.



temperatura en la superficie de 20^oC, en bandas de 3 mm de anchura que a su vez se fibrilan mecánicamente a hilos con un título medio de aproximadamente 15 den.

5. Se obtiene un hilo que tiene una distribución mas estrecha del título y es considerablemente mas resistente a los esfuerzos mecánicos por impacto que los hilos que se han obtenido en forma análoga a partir de polipropilenos convencionales.

Ejemplo 3

10. El polipropileno en granza se extrusiona mediante un dispositivo usual en la técnica, a una temperatura de la masa de 220^oC, a una lámina de 0,1 mm de espesor y 600 mm de ancho (con perfil acanalado en dirección longitudinal), después de lo cual ésta se estira monoaxialmente y en sentido longitudinal, con una temperatura en la superficie de 140^oC, en una proporción de 1:9, y entonces se fibrila mecánicamente a hilos con un título medio de aproximadamente 20 den.

15. Se obtiene un hilo que tiene una distribución mas estrecha del título y es considerablemente más resistente contra los esfuerzos mecánicos por impacto que los hilos que se han obtenido en forma análoga a partir de polipropilenos convencionales.

- N O T A -

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solici-

30.

A large, stylized handwritten signature or scribble in the bottom left corner, overlapping the number 30.

- 10 378254



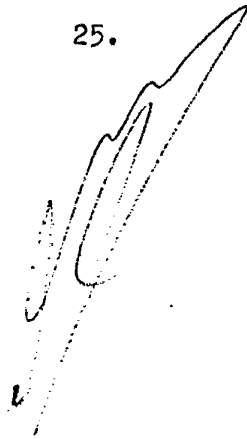
tud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 5 de abril de 1969, bajo el número P 1917653.5, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE HILOS DE POLI-PROPILENO, caracterizándose por lo siguiente:

10. 1ª.- Procedimiento para la obtención de hilos de polipropileno, que comprende (α) extruir polipropileno, a una temperatura de la masa de 180 a 360°C, priméramente a una lámina de 0,03 a 4 mm de espesor, después cortar la lámina a una temperatura en la superficie de 10 a 100°C en bandas del ancho deseado, seguidamente estirar monoaxialmente y en sentido longitudinal las bandas a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10°C, pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15, ó (β) extruir polipropileno a una temperatura de la masa de 180 a 360°C, priméramente a una lámina de 0,03 a 4 mm de espesor, después estirar monoaxialmente y en sentido longitudinal la lámina a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10°C, pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15 y después cortar la lámina a una temperatura en la superficie de 10 a 100°C a bandas del ancho deseado, ó (γ) extruir polipropileno, a una temperatura de la masa de 180 a 360°C, priméramente a bandas o láminas de 0,03 a 4 mm de espesor, y después
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



estirar monoaxialmente y en sentido longitudinal las bandas o láminas obtenidas a una temperatura en la superficie que se encuentra por encima de los 10^o C pero por debajo del punto de fusión de los cristalitas del

- 5. polipropileno empleado, en una proporción de 1:4 a 1:15 y fibrillar las bandas o láminas resultantes mecánicamente a hilos con un título medio de 1 a 100 deniers, caracterizado porque como polipropileno se emplea una mezcla de (a) 70 a 80 partes en peso de un polipropileno del que (con una proporción en peso polipropileno:tolueno de 5 : 95) menos de un 1 % en peso (bajo condiciones normales) es soluble en tolueno hirviendo, y (b) 20 a 30 partes en peso de un polipropileno del que (con una proporción en peso polipropileno:tolueno de 5 : 95) más de un 99 % en peso (bajo condiciones normales) es soluble en tolueno hirviendo, bajo las condiciones de (I) que la suma de las partes en peso de (a) y (b) sea respectivamente de 100, (II) que los polipropilenos de (a) y (b) tengan tanto (aproximadamente) las mismas viscosidades intrínsecas como también (aproximadamente) las mismas distribuciones de peso molecular (determinadas según el método de cromatografía de permeabilización de gel) y (III) que los valores absolutos de las viscosidades intrínsecas $[\eta]$ (medidos en decalina a 130^oC) se encuentren respectivamente en la zona de 1 a 10.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.





2ª.- Procedimiento para la obtención de hilos de polipropileno, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

4 ABR 1970

Madrid

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

L. GOMEZ ACEBO Y MODA.
p. Firmado: F. Hernández Rul-