

382929



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>D-01</u>
SUBCLASE <u>A</u>

PATENTE DE INTRODUCCIÓN

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S. A. - de nacionalidad española - con domicilio en Avda. José Antonio Primo de Rivera nº 654, BARCELONA,

por :

"Procedimiento para la hilatura en mojado de poliéster".

====:oOo:=====

Memoria descriptiva

====:oOo:=====



La presente patente se refiere a un procedimiento para la hilatura en mojado de poliéster.

Ya es conocido que los poliésteres hilables pueden convertirse en filamentos y fibras por los procesos de hilatura por fusión, hilatura en mojado e hilatura en seco. La hilatura por fusión comprende la fusión de los gránulos de uno o más poliésteres sobre una rejilla calentada y el paso de la masa fundida resultante a través de un filtro de pequeñas partículas, tales como de arena o parecidos; seguidamente se obliga a la masa fundida a pasar a través de una hilera y se enfrían los filamentos recién hilados. Este procedimiento tiene la desventaja significativa de requerir altas temperaturas, lo que limita la elección de plastificadores y otros agentes modificadores a aquellos que no se descoloran o descomponen a las temperaturas elevadas requeridas.

En la hilatura en seco, inicialmente se disuelve el poliéster en un disolvente y se extruye a través de una hilera de forma en sí conocida en una atmósfera de un gas inerte que puede calentarse. El movimiento de la atmósfera formada por dichos gases inertes y del filamento resultante, y el calentamiento que se les aplica, actúan para eliminar el disolvente volátil de dicho filamento.

El procedimiento de hilatura en mojado mediante el cual se extruye una solución del poliéster en un baño que contenga un no-disolvente para dicho poliéster, es generalmente más económico y deseable, ya que el pro-



ceso puede llevarse a cabo a temperaturas comparativamente más bajas y a presión atmosférica. Por esto, los plastificantes y otros agentes que pueden añadirse tendrán una tendencia menor a descolorarse y a descomponerse.

5 Sin embargo, este proceso de hilatura en mojado requiere un disolvente apropiado y, generalmente, los poliésteres, como ya es sabido, son insolubles en los disolventes orgánicos más comunes. Un disolvente aceptable debe: ser de bajo coste, poseer el poder disolvente requerido y,  
10 finalmente, ser relativamente no corrosivo y fácilmente recuperable para su recirculación.

En la práctica del procedimiento de la presente patente, se prepara una solución del poliéster por disolución del mismo en una solución de ácido dicloroacético  
15 y a la solución se le añaden los aditivos que han de quedar incorporados en el filamento extruido. Esta solución del poliéster es estable a, por ejemplo, la temperatura ambiente y puede llevar incorporados aditivos piro-retardantes, plastificantes y agentes modificadores  
20 que sean estables bajo las condiciones particulares de hilatura.

Los poliésteres de condensación sintéticos que pueden utilizarse en la práctica del procedimiento de esta patente son aquellos formados a partir de ácidos dicarboxílicos y glicoles, y copoliésteres o modificaciones  
25 de estos poliésteres y copoliésteres. En estado altamente polimerizado, estos poliésteres y copoliésteres pueden conformarse en filamentos y parecidos y, subsi-

382929



gumentemente, pueden orientarse permanentemente mediante un estirado en frío.

5 Entre los poliésteres y copoliésteres modificados apropiados para la práctica del procedimiento de la presente patente están los poliésteres y copoliésteres antes mencionados, modificados con grupos terminales de cadena poseedores de propiedades hidrofílicas.

10 Aunque las características del poliéster particular seleccionado para la hilatura en la práctica del procedimiento de la presente patente no son críticas, se requiere: que el poliéster seleccionado sea soluble en el ácido dicloro-acético, que forme con el disolvente una solución químicamente estable, que la solución sea extruible y capaz de ser coagulada en un baño de un anti-disolvente; y que dicho poliéster sea sustancialmente no cristalino. El poliéster a utilizar, basándose en el criterio precedente puede seleccionarse prontamente con una experiencia rutinaria mínima.

20 Se comprenderá que la modificación de las propiedades, incluyendo el aspecto del poliéster hilado en mojado, puede conseguirse por adición a la solución del poliéster, por ejemplo antes de su hilatura, de plastificantes convencionales de los poliésteres, de pigmentos, tintes y agentes antiestáticos, etc. Además, puede añadirse a la solución hilable, antes de su extrusión de 1 % a 40 % (con respecto al peso del poliéster), de un piro-retardante.

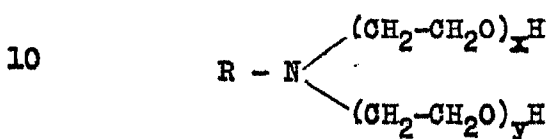
Los siguientes ejemplos son representativos y



todas las partes y porcentajes son en peso mientras no se indique lo contrario.

E J E M P L O 1

5 En un depósito provisto de agitador se pusieron 17,7 Kg de ácido dicloroacético al 99 % aproximadamente y 22,5 ml de una amina grasa etoxilada constituida por una mezcla de sustancias de fórmula



(en la que R es una mezcla de grupos alkilo promediando C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>-C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>, y x + y = 15), como coadyuvante de hilatura, añadiendo luego lentamente 2,85 Kg de gránulos de poliéster de viscosidad intrínseca comprendida entre 0,84 a 0,85. Durante la solución se desarrolló una pequeña cantidad de calor. Estos gránulos de poliéster se prepararon como sigue :

20 Una mezcla que contenía 129 moles de IMT, 323 moles de glicol, 0,025 moles de una sal de manganeso (II) y 0,069 moles de un compuesto de antimonio (III) se calentó a 170 °C en un depósito con agitador equipado con una columna de destilación. La destilación de metanol continuó durante 2 horas mientras la temperatura se elevaba a unos 220 °C. En este punto se añadieron 0,025 moles de un fosfito orgánico. Durante la siguiente media hora se separó el glicol y la temperatura se elevó a unos 260 °C.



La mezcla se trasvasó a un autoclave con agitador a 280  
°C. Se redujo gradualmente la presión a 0,2 mm en un pe-  
riodo de tiempo de media hora. La policondensación con-  
tinuó durante 2 horas después de alcanzar esta presión,  
5 recuperándose unos 18 Kg de polímero con una V.I. de  
0,84 a 0,85.

La solución viscosa obtenida, tenía una concen-  
tración de polímero puro de un 13-14 % en peso y una vis-  
cosidad de 38-43 segundos medida por el método denomina-  
10 do "caída de bola", filtrándose al objeto de separar po-  
sibles impurezas del polímero o del ácido y cualquier  
posible gránulo no disuelto. Luego, la solución viscosa  
filtrada se desaireó bajo presión reducida de unos 100  
mm Hg., obtenida mediante el uso de una bomba de agua.

15 La solución de hilar desaireada se dirigió, me-  
diante una pequeña bomba de engranajes volumétrica, ha-  
cia una hilera tipo rayón de 720 orificios sumergida en  
un baño acuoso mantenido a unos 70 °C, en el que la aci-  
dificación se controlaba por la adición dosificada de  
20 un hidróxido de metal alcalino, tal como el NaOH, o por  
adición de agua.

El haz de filamentos extruido después de avan-  
zar una distancia de 60 cm en el baño de coagulación,  
preferiblemente un baño de agua, fue recogido fuera del  
25 baño alrededor de un primer tambor, girando a una velo-  
cidad de 8 m/min y de éste conducido mediante guías a  
través de un segundo baño de agua a temperatura ambien-  
te y de 5 m de largo, hacia un segundo tambor rotativo  
a una velocidad de 36 m/min., en donde tuvo lugar el





Las propiedades de los hilos y fibras obtenidos (después de acondicionados a 24 °C y 60 % de humedad relativa) se han tabulado en la siguiente tabla. Se efectuaron ensayos con baños de coagulación de composición distinta. No se observaron diferencias notables en el hilo cuando el contenido de dicho baño se cambió entre varios límites. Por ejemplo, la concentración de ácido dicloroacético se aumentó a 50 g/l y la concentración de dicloroacetato sódico a 150 g/l.

10

T A B L A  
=====

	hilo 1000 denier Poliéster hilado en mojado 720 filamentos		hilo 200 denier, 720 filamentos	
15	Tenacidad	3.2 (4.1)	3.8 (4.6)	
	Alargamientos, %	11.3 (17.7)	7.7 (18.6)	
	Mod.gpd a 1%	72 (78)	94 (96)	
	a 5%	40 (46)	70 (64)	
	a 10%	22 (36)	- (40)	
20	a 15%	-	- (19)	
	nº de roturas, N	10 (50)	10 (50)	

( ) se refiere a ensayos individuales de las fibras, La tenacidad y el alargamiento del hilo se determinaron por el Método ASTM-2256-66 T a una humedad relativa de un 60 % y a una temperatura de 24 °C. El módulo en gramos por denier se determinó por :

25



carga en g/dx100 dividido por el % de alargamiento a la carga indicada.

E J E M P L O 2

=====

5                   Se siguió el procedimiento del ejemplo 1 con la  
 excepción de que se añadió fosfato de tris(2,3-dibromo-  
 propil) a la solución hilable en una cantidad para que  
 resultara una concentración del mismo de un 30 %, basa-  
 do en el poliéster, en dicha solución; la fibra resul-  
 10                   tante de la hilatura de esta solución contenía un 16 %  
 de dicho aditivo; entre 5 % y 35 % de dicho aditivo tam-  
 bién era efectivo.

El hilo tenía esencialmente las mismas propieda-  
des físicas y, además, era resistente a la ignición.

15

E J E M P L O 3

=====

                  El procedimiento del ejemplo 1 se siguió con es-  
 ta excepción: el derivado fenilo del cloruro fosfonitrí-  
 lico, 2, 4, 6-tris dietilamino-2, 4, 6-trifenilciolotri-  
 20                   fosfaceno se añadió a la solución de hilar de forma que  
 los hilos resultantes de la hilatura de la solución hi-  
 lable contenían un 5 % de dicho aditivo; desde un 5 % a  
 un 10 % de dicho aditivo, era efectivo.

                  El hilo obtenido tenía esencialmente las mismas  
 25                   propiedades físicas y, además, era resistente a la igni-  
 ción.

E J E M P L O 4

=====

También se llevó a cabo el procedimiento del



ejemplo 1, efectuando la extrusión de forma que se condujo el grupo de filamentos que abandonaba la hilera a través de un tubo de diámetro mayor que el del grupo de filamentos; dicho tubo tenía 18 mm. de diámetro y 300 mm. de longitud.

De esta forma la coagulación de los filamentos tubo lugar dentro de dicho tubo, sumergido en el baño de coagulación, en el cual tenía lugar un movimiento del líquido en la misma dirección que el de avance de los filamentos, mediante una apropiada diferencia en la altura de dos medios baños constituidos en si por el baño de coagulación. Los filamentos obtenidos según el procedimiento de la presente patente podían también extruirse a través de hileras de gran número de orificios, del orden de 720 a 2000 orificios, sin rotura de los filamentos.

En los ejemplos representativos 2 y 3 anteriores, la resistencia a la ignición se determinó por el procedimiento de intentar la ignición de dichos hilos en una posición vertical sobre la llama de un mechero Bunsen. Cuando un poliéster normal, en forma de fibras o de tejido, se enciende en posición vertical mediante un mechero Bunsen, sigue quemando cuando se retira de la llama. Cuando un poliéster resistente a la ignición, preparado de acuerdo con el procedimiento de la presente patente, se enciende con un mechero Bunsen, no sigue ardiendo cuando se retira la llama del mechero. Si bien es preferible usar de un 5 % a un 30 % de agente piro-



retardante, tambien puede utilizarse de un 1 % a un 40%.

La escala de títulos de los filamentos que pueden producirse en la práctica del procedimiento de la presente patente está comprendida entre 0,25 a 15 denier; para títulos finos se prefiere la escala de 0,25 a 0,3 denier.

La temperatura de los baños acuosos subsiguientes, utilizados en secuencia después del baño inicial en la práctica de este procedimiento, no es crítica. Sin embargo, la temperatura del baño inicial se mantiene a, por ejemplo de unos 60 °C a unos 85 °C y más. La concentración de polímero en la solución hilable se prefiere esté comprendida entre 13 % y 15 % en peso; no obstante tambien pueden utilizarse concentraciones de un 10 % a un 30 %. Preferiblemente la concentración seleccionada es tal que refleja una viscosidad "caída de bola" de la solución de hilar de unos 30 segundos o más, la viscosidad preferida está comprendida entre unos 40 a 60 segundos.

Los ejemplos precedentes pueden variarse dentro del alcance de la presente patente como será comprendido por cualquier experto en la materia, para alcanzar esencialmente los mismos resultados explicados en estos ejemplos.



N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción :

5 1. - Procedimiento para la hilatura en mojado de poliéster, caracterizado en que dicho poliéster se hila en mojado a partir de una solución del mismo en ácido dicloroacético, estando comprendida la concentración de dicho poliéster en la solución de hilar dentro de los límites de un 10 % a un 30 % en peso.

10 2. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la solución hilable de dicho poliéster tiene una viscosidad, medida por el método "caída de bola" a la temperatura de 20 °C, de al menos unos 30 segundos.

15 3. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que a la solución de hilar se le añade de un 1 % a un 40 % de un agente piro-retardante, respecto al peso de dicho poliéster.

20 4. - Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado en que dicho agente piro-retardante es el fosfato de tris(2,3-dibromopropilo).

25 5. - Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por añadir a la solución de hilar, antes de su hilatura, de un 5 % a un 35 % en peso, respecto al poliéster, de dicho agente piro-retardante.

6. - Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado en que dicho agente piro-retardante es el 2, 4, 6-tris dietilamina-2,4,6-trifenil-ciclotrifosfa-

- 13 - 382929



zeno.

5 7. - Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por añadir a la solución de hilar, antes de su hilatura, de un 5 % a un 10 % de dicho agente pi-ro-retardante.

8. - Procedimiento para la hilatura en mojado de poliéster.

Esta memoria consta de trece hojas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 8 de agosto de 1970.

P. L.

JOAQUIN BOLIBAR

p. p.