

PATENTE DE INVENCION

IGI CASE FG.24394/24719-SPAIN.

F.C. 16-5-75

17



407689

Int. Cl.: D01F//D06M

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FIBRAS CONDUCTORAS

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, SW1P 3JF, Inglaterra.

La presente invención se relaciona con un procedi-
miento para la producción de fibras conductoras.

En la técnica anterior, ya se han descrito nume-
rosos procedimientos para la obtención de materiales texti-
5. les conductores. Una de las dificultades principales ha con



sistido en la obtención de un material textil que posea propiedades antiestáticas duraderas.

5. La presente invención proporciona una fibra que tiene propiedades antiestáticas y conductoras que son muy resistentes al lavado, fregado, limpieza en seco, abrasión y otros procesos a los cuales puede someterse la fibra.

10. De acuerdo con una versión de la presente invención, se proporciona una fibra conductora estirada producida a partir de por lo menos un material polimérico sintético, teniendo una capa superficial exterior integral de dicha fibra estirada partículas de un material conductor introducidas en la misma, teniendo dicha fibra conductora una resistencia eléctrica inferior a 5×10^9 ohms por cm. Por el término "fibra conductora" se quiere dar a entender una fibra que exhibe conductividad eléctrica por toda su longitud o por parte de su longitud.

15. El término fibra, tal como se emplea en esta Memoria, incluye filamentos continuos y fibras cortadas. La fibra puede ser un constituyente de un hilo multifilamentoso, un género de punto o tejido o una tela o conjunto fibroso, no tejido, aglomerado o sin aglomerar.

20. La fibra sintética puede ser una homofibra o una fibra conjugada. Cuando la fibra es una fibra conjugada, se proporciona, de acuerdo con una versión, una fibra conjugada conductora que comprende al menos dos componentes poliméricos formadores de fibras dispuestos en distintas zonas a través de la sección transversal de dicha fibra y siendo practicamente continuos en toda la longitud de la citada fibra, teniendo un primer componente un punto de fusión inferior al del segundo componente y estando situado de modo tal que forma como mínimo una porción de la superficie periférica de dicha fibra, tenien-

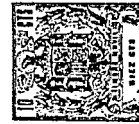
30.

40-7689



do el citado primer componente partículas de un material conductor introducidas en una capa superficial exterior integral.

- Ejemplos de homofibras adecuadas son las derivadas de una poliamida, tal como poli(epsilon-caprolactama) o poli(hexametilenadipamida), un poliéster, tal como poli(tereftalato de etileno), una poliolefina, tal como polipropileno, un derivado polivinílico, tal como poli(cloruro de vinilo) o poli-acrilonitrilo, o un éster de celulosa, tal como acetato de celulosa. Cuando la fibra es una fibra conjugada, los componentes de la fibra conjugada pueden estar dispuestos lado por lado o un componente puede estar rodeado completamente por otro componente, es decir, en una relación concéntrica o excéntrica de vaina y núcleo, siendo el componente que forma la vaina el componente de punto de fusión inferior, o la fibra conjugada puede tener forma no circular, por ejemplo, trilobal estando formados uno o más de los lóbulos, al menos en parte, por un componente de punto de fusión inferior. Ejemplos de fibras conjugadas adecuadas son las fibras bicomponentes, tales como fibras de poli(epsilon-caprolactama)/poli(hexametilenadipamida), poli(epsilon-caprolactama-hexametilenadipamida)/poli(hexametilenadipamida), poli(tereftalato de etileno-adipato de etileno)/poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de etileno-isoftalato de etileno)/poli(tereftalato de etileno), siendo el primer componente mencionado el componente de punto de fusión inferior. Es preferible que el componente de punto de fusión inferior tenga un punto de fusión de por lo menos 30°C, con preferencia de por lo menos 40°C, por debajo del punto de fusión del otro componente. Las fibras a emplear en la presente invención pueden contener aditivos conocidos, tales como colorantes, pigmentos o antioxidantes.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



5. Cuando la fibra conjugada tiene una estructura de vaina-núcleo, la relación de vaina a núcleo no constituye un factor crítico pero es preferible que la vaina sea relativamente delgada con el fin de que las propiedades mecánicas de la fibra sean similares a las de una fibra compuesta en su totalidad por el componente de núcleo.

10. Se prefiere que por lo menos algunas de las partículas del material conductor estén introducidas en la capa superficial exterior a una profundidad de por lo menos 0,3 micras. Igualmente, se prefiere que las partículas estén introducidas a una profundidad máxima inferior a 4 micras.

15. Como antes se ha mencionado, la presente invención proporciona un procedimiento para la producción de una fibra conductora, que comprende revestir al menos una fibra estirada, preparada a partir de como mínimo un material polimérico sintético, con partículas de un material conductor y reblandecer una capa superficial exterior integral de dicha fibra estirada para causar que por lo menos algunas de dichas partículas penetren en la citada capa superficial.

20. El reblandecimiento de la capa superficial exterior de la fibra puede conseguirse mediante tratamiento térmico, mediante aplicación de un agente plastificante o mediante una combinación de ambos métodos. El reblandecimiento puede conseguirse también mediante tratamiento térmico en combinación con una aplicación de presión.

25. Las etapas de revestimiento y reblandecimiento pueden realizarse simultáneamente o en secuencia. Además, puede llevarse a cabo, antes de la etapa de revestimiento, un tratamiento de reblandecimiento adicional de la capa superficial exterior de la fibra.

30.

40-7689



5. Cuando la fibra es una homofibra, se prefiere el empleo de la combinación de un agente plastificante y un tratamiento térmico para reblandecer la capa superficial exterior de la fibra. La capa superficial de la fibra tratada puede someterse a otro tratamiento de reblandecimiento.

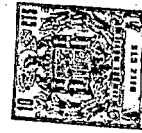
10. Cuando la fibra sintética es una fibra conjugada, se proporciona, de acuerdo con una versión de la invención, un procedimiento para fabricar una fibra conjugada conductora, en el cual una fibra conjugada, que comprende al menos dos componentes poliméricos formadores de fibras, dispuestos en distintas zonas a través de la sección transversal de la citada fibra y que son practicamente continuos por toda la longitud de dicha fibra, teniendo un primer componente un punto de fusión inferior al del segundo componente y estando situado de modo tal que forma como mínimo una porción de la superficie periférica de la citada fibra, se reviste con partículas de un material conductor a una temperatura elevada suficiente para causar que dichas partículas penetren en una capa superficial exterior del citado primer componente pero inferior al punto de fusión del citado segundo componente.

15. En una versión preferida de este proceso, la fibra revestida se somete a un calentamiento adicional a una temperatura elevada por debajo del punto de fusión del citado segundo componente.

20. Las partículas del material conductor pueden ser, por ejemplo, negro de humo conductor o polvo de metal finamente dividido conductor, tal como plata u oro. En el caso de polvo metálico, puede emplearse una atmósfera inerte en el proceso para evitar la oxidación.

25. Las partículas de material conductor tienen preferi-

30.



blemente un diámetro medio inferior a 5 micras, preferiblemente inferior a 1 micra.

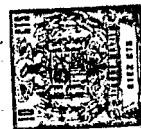
5. Es preferible que las partículas de material conductor estén presentes en la capa superficial exterior de la fibra en una cantidad tal que ocupen un volumen de por lo menos 0,03 mm por m² de la superficie reblandecible de la fibra.

10. Las partículas de material conductor pueden aplicarse a la fibra a partir de un baño, de un lecho fluidificado, como una nube gaseosa, mediante deposición electrostática o como una dispersión en un líquido. En este último caso, el líquido puede contener o comprender un agente plastificante para la capa superficial exterior de la fibra.

15. Las partículas de material conductor pueden aplicarse no uniformemente a la fibra, por ejemplo, mediante aplicación intermitente de partículas a través o a lo largo de la fibra. En el caso de la aplicación del material conductor a un hilo multifilamentoso, es preferible que el hilo tenga una baja torsión o una torsión de cero y que los filamentos individuales se mantengan separados durante el tratamiento o que cada filamento se revista con las partículas del material conductor antes de reblandecer las capas superficiales de los filamentos con el fin de evitar que los filamentos se fundan entre sí.

20. El agente plastificante deberá elegirse de modo tal que reblandezca la superficie de la fibra suficientemente para permitir la penetración de las partículas de material conductor y deberá ser suficientemente involátil para permanecer en o sobre la fibra durante un tiempo suficiente para permitir que las partículas de material conductor penetren en las capas superficiales de la fibra. Por otro lado, el agente plastificante puede ser separable por calor o por lavado.
- 25.
- 30.

407689



Puede emplearse como agente plastificante un disolvente para el polímero que comprende la superficie exterior de la fibra, en cuyo caso la aplicación del disolvente debe controlarse para que el reblandecimiento de la fibra se confine a una capa superficial exterior.

5.

Ejemplos de compuestos que son adecuados como agentes plastificantes para fibras de poliéster, incluyen: benzaldehído, alcohol bencílico, salicilato de metilo, o-diclorobenceno, ftalato de dimetilo, oxalato de dietilo, succinato de dietilo, tetracloroetano, o-fenilfenol, p-feniletanol.

10.

Ejemplos de compuestos que son adecuados como agentes plastificantes para fibras de poliamida, incluyen: etilenglicol, dietilenglicol, glicerol, polioles, polietilenglicoles, vapor de agua saturado, fenoles, dimetilformamida, alcohol bencílico, dimetilsulfona, ácido sulfúrico y mezclas de metanol con cloruro de litio, cloruro de magnesio o cloruro de calcio, tartrato de dibutilo, ftalato de etilo, glicolato de etilo, resinas blandas tales como poli(acetato de vinilo), goma de ésteres, resinas de fumarona y resinas alquídicas de bajo peso molecular.

15.

20.

El agente plastificante puede aplicarse en una forma no diluida o puede diluirse disolviéndolo o dispersándolo en un medio que no reaccione adversamente bien con el plastificante o bien con el sustrato.

25.

El agente plastificante puede aplicarse mediante cualquiera de los métodos conocidos para aplicar medios líquidos a fibras, por ejemplo, mediante un rodillo laminador, por distribución o por pulverización.

30.

El procedimiento para fabricar una fibra o fibras conductoras, puede ser continuo. Una versión de un proceso



- continuo comprende someter una fibra conjugada, consistente en al menos dos componentes poliméricos formadores de fibras, dispuestos en distintas zonas a través de la sección transversal de dicha fibra y siendo practicamente continuos por toda la longitud de la citada fibra, teniendo un primer componente un punto de fusión inferior al del segundo componente y estando situado de modo tal que forma como mínimo una porción de la superficie periférica de dicha fibra, a las etapas de revestimiento con partículas de un material conductor, calentamiento de dicha fibra con el fin de que una capa superficial exterior integral de dicho primer componente se reblandezca suficientemente para causar que por lo menos algunas de dichas partículas penetren en la citada capa superficial, ulterior enfriamiento de dicha capa superficial para convertirla a un estado no reblandecido, y por último recoger la fibra. La zona de enfriamiento puede comprender un enfriamiento natural o un enfriamiento forzado. Este último puede conseguirse dirigiendo una corriente de aire frío sobre la fibra.
- 5.
- 10.
- 15.

- Las fibras conductoras de la presente invención, en forma de monofilamentos e hilos multifilamentosos, son particularmente útiles para impartir efectos antiestáticos a géneros y construcciones de alfombras, en donde es importante una buena durabilidad del efecto antiestático. Pueden producirse géneros tejidos de punto por trama, antiestáticos, útiles, alimentando las fibras conductoras a las agujas del disco solamente de una máquina de tejido de punto por trama. Las fibras conductoras pueden combinarse con fibras textiles convencionales empleando cualquier medio conocido. Para ciertas aplicaciones, es preferible que la fibra conductora sea rizada.
- 20.
- 25.
- 30.
- Las fibras conductoras pueden rizarse mediante cualquier técni-



- ca de rizado conocida, tal como, por ejemplo, rizado en los bordes o una operación de punto por punto. Las fibras potencialmente auto-rizables, en las cuales los componentes están dispuestos en una relación de lado con lado o de vaina-núcleo excéntrica, son también útiles en la presente invención. Las fibras conductoras de la presente invención, en forma de géneros o de telas o conjuntos fibrosos no tejidos, son útiles para la producción de elementos de calentamiento, circuitos impresos y medias antiestáticas, soportes para alfombras y revestimientos.
- 5.
- 10.

Los siguientes ejemplos, en los cuales todas las partes y porcentajes se indican en peso, ilustran pero no limitan la presente invención.

EJEMPLO 1

15. Se prepara un monofilamento estirado de vaina-núcleo de 22 dtex, que tiene un núcleo derivado de poli(hexametilenadipamida) y una vaina derivada de una copoliámida que contiene 70 % de unidades de hexametilenadipamida y 30 % de unidades de caprolactama. La copoliámida de la vaina tenía una temperatura de reblandecimiento de 190°C. La relación en peso de vaina:núcleo es de 1:1.
- 20.

- El monofilamento de vaina-núcleo se reviste, en un proceso continuo, con un negro de humo conductor de horno de aceite, Vulcan PF (fabricado por Cabot carbon Ltd), de diámetro medio de partículas de 0,02 micras. El revestimiento se realiza guiando el monofilamento, que corre a una velocidad de 45 m/min, al interior y a través de un baño del negro de humo mantenido a 210°C. Con el fin de conseguir la aplicación continua del negro de humo al monofilamento, se sitúa un guía-hilos en cola de cerdo, a través del cual pasa el monofilamento,
- 25.
- 30.



5. en el negro de humo y que oscila a 3 ciclos/segundo en el plano transversal a la dirección de transporte del monofilamento. Después de lavar el negro de humo adherido sueltamente y tras el secado, el monofilamento tenía una resistencia eléctrica de 5×10^6 ohms/cm. Las fotografías ópticas de segmentos en sección transversal del monofilamento, demostraron que el negro de humo había penetrado en el componente de vaina a una profundidad de 2 micras aproximadamente.

EJEMPLO 2

10. Se repite el ejemplo 1 con la excepción de que el monofilamento estirado era de 11 dtex y tenía un núcleo derivado de poli(tereftalato de etileno) y una vaina derivada de un copoliéster conteniendo 80 % de unidades de tereftalato de etileno y 20 % de unidades de isoftalato de etileno. El copoliéster de la vaina tenía una temperatura de reblandecimiento (pico) de 205°C , determinada por calorimetría diferencial.

15. El monofilamento conductor así producido tenía una resistencia eléctrica de 10^7 ohms/cm después de lavar el negro de humo adherido de forma suelta.

EJEMPLO 3

20. Un monofilamento estirado de vaina-núcleo como en el ejemplo 1, se pasa a una velocidad de 30 m/min sobre una placa caliente horizontal, a 210°C , sobre cuya parte superior estaba colocado el negro de humo, como en el ejemplo 1, por

25. medio de paredes laterales en la placa caliente. El monofilamento en movimiento estaba atravesado horizontalmente a 4 ciclos/segundo. Después de abandonar la placa caliente, el monofilamento se hizo pasar inmediatamente sobre una placa caliente de 30,5 cm de longitud mantenida a 215°C . Los efectos de

30. pasar el monofilamento sobre la segunda placa caliente consis-



5. tían (i) en causar que el negro de humo, adherido de forma suelta al monofilamento, penetrara en las capas superficiales de la vaina eliminando por lo tanto la necesidad de un tratamiento de lavado, (ii) en disminuir la resistencia eléctrica del monofilamento y (iii) en incrementar la resistencia a la abrasión de las propiedades conductoras del monofilamento.

El monofilamento así producido tenía una resistencia eléctrica de 10^6 ohms/cm.

10. Después de 3.000 frotos en un aparato de abrasión Martindale, en forma de un género de punto, el monofilamento tenía una resistencia eléctrica de 2×10^6 ohms/cm. El aparato de abrasión Martindale era de diseño standard, tal como se describe en J. Test Inst 1942, 33, T151.

15. Cuando un sub-hilado, es decir, un monofilamento sin estirar, de vaina-núcleo, se revistió con negro de humo de forma similar y a continuación se sometió a estirado con una relación de estirado superior a 2,0:1, el monofilamento resultante tenía una resistencia eléctrica de 10^{14} ohms/cm.

EJEMPLO 4

20. Se prepara un monofilamento estirado, de vaina-núcleo, de 22 dtex, que tiene un núcleo derivado de poli(hexametilenadipamida) y una vaina derivada de una copoliamida que contiene 75 % de unidades de hexametilenadipamida y 25 % de unidades de caprolactama. La relación en peso de vaina:núcleo es de 1:1.

25. El monofilamento de vaina-núcleo se reviste, en un proceso continuo, con un negro de humo conductor de horno de aceite, Vulcan XC72R (fabricado por Cabot Carbon Ltd), de diámetro medio de partícula de 0,03 micras. El revestimiento se realiza como en el ejemplo 3 excepto que la temperatura de
- 30.



la primera y segunda placas calientes, es de 215 y 220°C, respectivamente. El monofilamento así producido tenía una resistencia eléctrica de 10^6 ohm/cm.

EJEMPLO 5

5. Se prepara un monofilamento bicomponente, estirado, de lado por lado, de 20 dtex, que tiene un componente derivado de poli(tereftalato de etileno) y otro componente derivado de un copoliéster que contiene 80 % de unidades de tereftalato de etileno y 20 % de unidades de isoftalato de etileno. El monofilamento se trata con negro de humo como en el ejemplo 3.

10. El monofilamento resultante tenía una resistencia eléctrica de 5×10^6 ohms/cm. Las fotografías ópticas de segmentos en sección transversal del monofilamento, demostraron que el negro de humo había penetrado en las capas superficiales exteriores del componente de copoliéster.

15.

EJEMPLO 6

Un monofilamento estirado de vaina-núcleo de 22 dtex, como en el ejemplo 1, se trata con un negro de humo conductor de horno de aceite Vulcan XC72R en un lecho fluidificado de 0,9 m de longitud. El lecho fluidificado tenía una base porosa a través de la cual se insufló aire a 210°C en el interior del negro de humo. El monofilamento se pasó a través del lecho fluidificado a una velocidad de 150 m/min, y a continuación sobre una placa caliente de 0,9 m de longitud mantenida a 215°C. El monofilamento conductor resultante tenía una resistencia eléctrica de 2×10^6 ohms/cm.

20.

25.

EJEMPLO 7

Un homofilamento de nylon 66, trilobal, estirado, de 33 dtex, se pasa a una velocidad de 90 m/min sobre una almohadilla de lana de algodón empapada en etilenglicol y a continua

30.



5. ción se pasa directamente a través de un paño de 25,4 cm de longitud del negro de humo empleado en el ejemplo 4, montado sobre una placa vibradora calentada a 225°C. Después de abandonar el baño de negro de humo, la fibra se pasa sobre una placa caliente de 0,9 m de longitud a 245°C, y a continuación se enrolla.

10. La tenacidad inicial de la fibra no tratada era de 5,5 g/dtex. Después del tratamiento, la tenacidad era de 3,6 g/dtex y la fibra tenía una resistencia eléctrica de $2,0 \times 10^6$ ohms/cm (después de la limpieza completa).

EJEMPLO 8

15. Un homofilamento circular, estirado, de poli(tereftalato de etileno) de 27,5 dtex, se alimenta, a una velocidad de 90 m/min, sobre una almohadilla de lana de algodón empapada con alcohol bencílico y a continuación se alimenta a través del baño de negro de humo del ejemplo 7 el cual se mantenía en este caso a 223°C. La muestra se enrolló sin ningún post-tratamiento térmico.

20. La tenacidad inicial era de 3,7 g/dtex. Después del tratamiento, la fibra tenía una tenacidad de 3,0 g/dtex y una resistencia eléctrica de $1,0 \times 10^6$ ohms/cm (después de la limpieza completa).

EJEMPLO 9

25. Se prepara un hilo estirado de 80 decitex consistente en 10 filamentos de vaina-núcleo cada uno de los cuales tenía un núcleo derivado de poli(tereftalato de etileno) y una vaina derivada de un copoliéster que contiene 80 % en peso de unidades de tereftalato de etileno y 20 % en peso de unidades de isoftalato de etileno. El copoliéster de la vaina tenía un pico de temperatura de reblandecimiento de 205°C, determinado

30.



por calorimetría diferencial. La relación en peso de vaina:núcleo era de 1:2.

5. El hilo estirado se pasó a una velocidad de 90 m/min a través de un baño del negro de humo empleado en el ejemplo 4, a 120°C, siendo vibrada la base del baño con el fin de mantener en movimiento al negro de humo. Desde este baño, el hilo se pasó sobre una placa caliente a 200°C. Después del lavado completo y del secado, el hilo tratado tenía una resistencia eléctrica de 2×10^6 ohms/cm y los filamentos individuales, que no
10. estaban adheridos, tenían una resistencia eléctrica de 4×10^7 ohms/cm.

EJEMPLO 10

15. Un género no tejido, aglomerado, de 93,45 g/m², preparado a partir de filamentos bicomponentes continuos que tienen un núcleo de nylon 6,6 y una vaina de nylon 6, se sumerge durante 10 minutos aproximadamente en una dispersión acuosa del negro de humo empleado en el ejemplo 4, junto con un dispersante.

20. Una muestra del género revestido se seca en un horno a 120°C durante 15 minutos y a continuación se calienta a 220°C aproximadamente durante 15 minutos. El género tratado se lava a continuación de forma completa y se seca. La resistencia eléctrica longitudinal de un cuadrado de 15,24 cm del género tratado era de 750 ohms.

25. Otra muestra del género revestido se trata termicamente prensándola entre placas metálicas a 220°C aproximadamente durante 10 segundos. Se encuentra que a menos que el género revestido se someta a presión, el negro de humo podría ser separado por lavado ulterior.

30. Los géneros tratados se utilizan para producir ele-



- mentos de calentamiento fijando electrodos de tira de cobre en los extremos opuestos del género y cubriendo las superficies superior e inferior del género tratado con película de poli(cloruro de vinilo). Tras conectar los electrodos a un suministro de corriente alterna a 240 voltios, la superficie del elemento de calentamiento consigue una temperatura de 80°C aproximadamente. El elemento de calentamiento era altamente flexible.

EJEMPLO 11

- Se prepara un hilo estirado de 1.600 decitex consistente en 700 filamentos de vaina-núcleo, cada uno de los cuales tenía un núcleo de poli(tereftalato de etileno) y una vaina derivada de un copoliéster que contiene 80 % en peso de unidades de tereftalato de etileno y 20 % en peso de unidades de adipato de etileno. La relación en peso de vaina:núcleo era de 1:2.

- El hilo se pasa por un baño que contiene una dispersión acuosa de 7 % en peso de negro de humo (Vulcan XC-72R, Cabot Carbon) y 1 % en peso de un condensado de ácido naftaleno sulfónico. A continuación se pasa a través de un rodillo de presión accionado para escurrir el exceso de líquido, se seca sobre 4 rodillos calentados accionados, mantenidos a 180°C, y se recoge sobre una máquina rebobinadora a una velocidad de 15 m/min. Se coloca una longitud de 3 m en un modelo en zigzag sobre un género de poliéster mantenido en un rameador cuadrado de 50,8 x 50,8 cm. El rameador se alimenta entonces a través de un horno a 195°C con un tiempo de residencia de 3 min. Este tratamiento térmico hace que el negro de humo se embeba en la vaina. El negro de humo en exceso se lava en un vaso de agua que contiene un condensado de óxido de etileno de octilcresol. El hilo se deja secar en la atmósfera. La re-



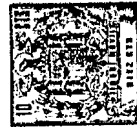
sistencia de cada filamento era del orden de $10^8 - 10^9$ ohms/cm.

EJEMPLO 12

5. El hilo sin tratar, estirado, del ejemplo 11, se corta en 10 longitudes cortas de 10 cm y se sumerge entonces un manojo de ellos en un baño de la dispersión acuosa de negro de humo y a través del rodillo de presión accionado, como en el ejemplo 11. A continuación, se deja secar en la atmósfera, antes de colocarse en un horno cerrado a 196°C , durante 10 minutos. La longitud corta impregnada se lava como en el ejemplo 11
10. y se seca en la atmósfera. La resistencia de cada filamento era del orden de $10^8 - 10^9$.

EJEMPLO 13

15. Se mezcla 1 % en peso del hilo heterofilamentoso impregnado con negro de humo, descrito en el ejemplo 11, y cortado a longitudes de 6 cm, con 99 % en peso de fibras cortas de 6 cm, de poli(tereftalato de etileno), en una máquina cardadora. Se produce un hilo corto de 500 decitex mediante un procesado convencional de fibras cortas. Se teje por punto un género de jersey doble en una máquina de tejer por punto de
20. 16 cabos, de modo tal que 1 cabo en 4 era el hilo alimentador superior y los otros cabos consistían en hilo cortado standard de tereftalato de polietileno de 250 decitex. El hilo que contiene la fibra cortada conductora se teje por punto de forma tal que permanecía en la parte posterior del género y no aparecía sobre la superficie. Muestras del género (aproximadamente
25. $280,35 \text{ g/m}^2$) fueron teñidas a presión en varios colores. La parte posterior del género mostraba las fibras conductoras negras en tonalidades pálidas, tales como amarillo y naranja. Sin embargo, las fibras negras no eran visibles en la parte
30. delantera del género y los colores eran atractivos. Las fuer-



tes tonalidades, tales como azules oscuros, taparon a las fibras impregnadas con negro de humo incluso en la parte posterior del género.

- 5. Se llevaron a cabo ensayos estáticos. Los ensayos de adherencia demostraron que a una humedad relativa del 30 %, la muestra no era adherente después de doce frotos con un paño de nylon sobre una placa metálica inclinada. Un género de control de poli(tereftalato de etileno) mostró tendencias adherentes. El género tampoco recogió las cenizas de cigarrillos después del restregado, manteniéndolo a 5 cm de la ceniza. El género de control absorbió cantidades significativas.

- 10. Se tejieron por punto géneros similares con 1 cabo en 4 conteniendo 0,5, 0,25 y 0,125 % en peso de la fibra corta conductora. Los resultados del ensayo se indican en la siguiente Tabla.

<u>% de fibra cortada impregnada de carbón en el género</u>	<u>No. de adherencias</u>	<u>Ceniza atraída</u>
0	200	SI
0,125	4	SI
0,25	1	NO
0,5	0	NO

- 20. El ensayo de adherencia se realizó aplicando al género del ensayo 12 golpes con un paño de nylon, a una humedad relativa del 30 %, separándolo de la placa metálica y desprendiéndolo.

EJEMPLO 14

- 25. Un hilo estirado de 40 filamentos, de 180 dtex, que comprende heterofilamentos de vaina-núcleo 1:1, estando constituida la vaina por acetato-butirato de celulosa y el núcleo por poli(tereftalato de etileno) (VI 0,67), se pasa a través



de un baño vibrador de negro de humo sobre una placa caliente a 175°C, a una velocidad de 30 m/min. Después del lavado, la resistencia del hilo era de 10^6 ohms/cm.

EJEMPLO 15

5. Un hilo estirado de 30 filamentos, de 122 dtex, que comprende heterofilamentos de lado con lado 1:1, estando constituido un lado por poli(tereftalato de etileno), VI 0,67, y el otro por polietileno, se pasa a través de un baño vibrador de negro de humo Vulcan XC-72R sobre una placa caliente a 150°C, a una velocidad de 30 m/min. Después de enjugar el negro de humo en exceso con un tejido húmedo, la resistencia del hilo era de 5×10^6 ohms/cm.

EJEMPLO 16

15. Se aplica una dispersión de plata en metilisobutilcetona (dispersión 915 de Achesondag) de tamaño de partícula 1 - 2 micras, a un monofilamento estirado de 29 dtex, que tiene un núcleo de nylon 6,6 y una vaina 75/25 de nylon 6,6/6, en una relación en peso de 1:1, por medio de una almohadilla de lana de algodón. La fibra revestida se pasa entonces sobre una placa caliente de 15,24 cm, a 220°C, y se enrolla a una velocidad de 45 m/min. La resistencia de la fibra era variable y oscilaba entre 10^3 y 10^6 ohms/cm después del lavado.

EJEMPLO 17

25. Un cuadrado de 15,24 cm de género de poli(tereftalato de etileno) de tejedura apretada, de 1.000 dtex, se sumerge en una dispersión acuosa que contiene 10 % del negro de humo empleado en el ejemplo 4, 1 % en peso de condensado de ácido naftalenosulfónico y 20 % en peso de un condensado de óxido de etileno de octilcresol.

30. Se deja gotear y se seca en la atmósfera durante 2



horas. A continuación, se coloca en un horno a 260°C durante 5 minutos. Se pudo lavar de la muestra poco negro de humo, teniendo dicha muestra una resistencia de 2.000 ohms/sq.

EJEMPLO 18

5. Se trata como en el ejemplo 17, un cuadrado de 15,24 cm de género tejido por punto de trama de nylon 6,6, de 20 filamentos y de 80 dtex. La muestra impregnada tenía una resistencia de 1.500 ohms/sq.

EJEMPLO 19

10. Un género de nylon 6,6 como en el ejemplo 18, se trata sumergiéndolo en una dispersión acuosa de negro de humo y a continuación se deja secar. Entonces, se sumerge en un baño de plastificante que comprende una mezcla N-etil-orto- y para-tolueno-sulfonamida, se deja escurrir y a continuación se coloca en un horno a 200°C durante 5 minutos. El carbón permanece firmemente embebido en las fibras incluso después del lavado completo. La resistencia era de 1.000 ohms/sq. La muestra era flexible.

EJEMPLO 20

20. Un género no tejido, aglomerado por puntos, que comprende filamentos conjugados con una vaina de nylon 6 y un núcleo de nylon 6,6, se sumerge en una dispersión acuosa de 10 % en peso del negro de humo empleado en el ejemplo 4 y 1 % en peso de un condensado de ácido naftalenosulfónico. La lechada había sido previamente molturada con bolas durante 4 horas. El género se deja secar en la atmósfera. A continuación, se coloca sobre una placa caliente de 25,4 mm de ancho y se endurece mediante prensado con un bloque de madera. A continuación, se lava con agua. En los casos en los cuales no se aplicaron ni presión ni calor, el carbón se lavó fácilmente dejando una
- 25.
- 30.



banda negra de 25,4 mm de ancho. Esta banda era conductora y flexible.

EJEMPLO 21

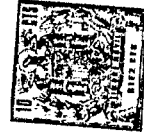
5. Se mezcla 2 % en peso de fibra corta conductora de 50,8 mm, producida a partir del hilo heterofilamentoso impregnado con negro de humo descrito en el ejemplo 11, con 98 % en peso de fibra corta de 50,8 mm de poli(tereftalato de etileno), y se carda a una tela. La tela se punzona con agujas para formar un género no tejido. Este género era útil tanto como género de filtro antiestático como correa de lavandería antiestática.
- 10.

EJEMPLO 22

15. Un género no tejido aglomerado por áreas, de 124,6 g/m², fabricado a partir de fibras cortas bicomponentes que tienen un núcleo de poli(tereftalato de etileno) y una vaina derivada de un copoliéster que contiene 80 % en peso de unidades de tereftalato de etileno y 20 % en peso de unidades de adipato de etileno, se sumerge en un baño de una dispersión acuosa de negro de humo. La dispersión consistía en 10 % en peso del negro de humo empleado en el ejemplo 4, 1 % en peso de un condensado de ácido naftalenosulfónico y 81 % en peso de agua y que había sido molturado con bolas durante 4 horas.
- 20.

25. La muestra del género revestido se separa del baño y se deja secar en la atmósfera. A continuación, se calienta durante 10 minutos, a 220°C, en un horno. El negro de humo penetra en la superficie de las fibras y pudo eliminarse por lavado poco negro de humo. El incremento en peso fué del 20 % con respecto al género inicial. La resistencia longitudinal de un cuadrado de 15,24 cm del género tratado era de 500 dinas.
- 30.

El género era todavía poroso después de este trata-



miento, y el agua podía pasar fácilmente a través del mismo. Igualmente, era flexible.

5. A un cuadrado de 15,24 cm del género tratado se unieron dos tiras de cobre de 6,35 mm a lo largo de los bordes paralelos, empleando cintas. El género conductor fué aislado entonces completamente emparedándolo entre dos láminas de caucho natural de 0,635 mm de espesor. El sandwich se colocó en una prensa bajo una presión de 2 toneladas, durante 15 minutos, a 150°C. Esto proporcionó el curado del caucho y dió una buena adhesión entre el caucho y el género. Esta estructura era flexible y no porosa.

10. La resistencia a través de los electrodos de cobre no había cambiado y era aún de 500 ohms.

15. Los electrodos fueron conectados a un suministro de corriente alterna a 240 voltios. La temperatura superficial del calentador alcanzó 100°C.

20. Se envolvieron dos de dichos calentadores alrededor de un vaso de cristal de 2 litros, y se conectaron en paralelo. Alrededor de los calentadores se enrolló una cinta de asbestos de modo que dichos calentadores presionaran firmemente los lados del vaso al objeto de conseguir un buen contacto térmico así como un buen aislamiento térmico. El vaso se llenó con agua y se aplicó una tensión de corriente alterna de 240 voltios a los calentadores. El agua hirvió en 1 hora.

25. Después de 200 horas de dicho ensayo, no había cambiado la resistencia de los calentadores conectados en paralelo.

N O T A

30. Describa suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse



- constar que el invento corresponde a dos solicitudes de Patentes presentadas con el nº y fechas siguientes: Nº 48362/71 de 18 de octubre de 1.971 y Nº 5107/72 de 3 de febrero de 1.972; acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FIBRAS CONDUCTORAS, caracterizándose por lo siguiente:
- 5.
10. 1.- Procedimiento para la producción de fibras conductoras, caracterizado porque comprende revestir al menos una fibra estirada, fabricada a partir de por lo menos un material polimérico artificial, con partículas de un material conductor y reblandecer una capa superficial exterior integral de dicha fibra estirada para hacer que por lo menos algunas de dichas partículas penetren en la citada capa superficial.
15. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para producir una fibra conjugada conductora, a partir de una fibra conjugada que comprende como mínimo dos componentes poliméricos formadores de fibras, dispuestos en distintas zonas de la sección transversal de dicha fibra y que son prácticamente continuos en toda la longitud de dicha fibra, teniendo el primer componente un punto de fusión inferior al del segundo componente y estando situado de modo tal que forma como mínimo una porción de la superficie periférica de dicha fibra; se reviste dicha fibra conjugada con partículas de un material conductor a una temperatura elevada suficiente para hacer que dichas partículas penetren en una capa superficial exterior de dicho primer componente pero inferior al punto de fusión de dicho segundo componente.
- 20.
- 25.
- 30.





- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la fibra revestida se somete a ulterior calentamiento a una temperatura elevada por debajo del punto de fusión de dicho segundo componente.
5. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el reblandecimiento de la capa superficial exterior de la fibra se consigue mediante tratamiento térmico.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el reblandecimiento de la capa superficial exterior de la fibra se consigue mediante aplicación de un agente plastificante y mediante tratamiento térmico.
10. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1, 4 ó 5, caracterizado porque dicha fibra es una fibra conjugada obtenida a partir de como mínimo dos materiales poliméricos artificiales.
15. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 ó 6, caracterizado porque el proceso es continuo y comprende someter una fibra conjugada, consistente en al menos dos componentes poliméricos formadores de fibras, dispuestos en distintas zonas de la sección transversal de dicha fibra y practicamente continuos por la longitud de dicha fibra, teniendo el primer componente un punto de fusión inferior al del segundo componente y estando localizado de modo que forme como mínimo una porción de la superficie periférica de dicha fibra, a las etapas de revestir con partículas un material conductor, calentar dicha fibra de modo que una capa superficial exterior integral de dicho primer componente se reblandezca lo suficiente para hacer que al menos algunas de dichas partículas penetren en la citada capa superficial, enfriar a continuación dicha capa superficial para convertirla a un es-
- 20.
- 25.
- 30.



tado no reblandecido y por último recoger dicha fibra.

5. 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fibra se reduce con dichas partículas en una cantidad tal que ocupa un volumen de por lo menos $0,03 \text{ ml/m}^2$ de la superficie reblandecible de la fibra.

9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material conductor es un negro de humo conductor.

10. 10.- Procedimiento para la producción de fibras conductoras, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 24 hojas escritas a máquina por una sola cara.

15.

Madrid,

17 ENE. 1973

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODELL
P. P. Firmado: L. Goeta Escudé