

F.O. 8-I-75.1

Int. Cl.:	D04H



407810

PATENTE DE INVENCION

=====
Ref: SC 3979.

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de un artículo no-tejido.

=====

Solicitante RHONE-POULENC, S.A., entidad francesa, residente en 22 Avenue Montaigne 75360, PARIS CEDEX 08, Francia.

=====

La presente invención tiene por objeto nuevos artículos no tejidos en los que el aglutinante es un polímero termoestable.

La expresión "artículos no tejidos" designa
5. en sentido amplio productos textiles obtenidos por

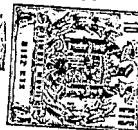


5. aglutinado químico o mecánico de fibras sin hacer intervenir ninguna operación de hilatura tejido o tricotado. En un sentido mas restrictivo, se reserva la denominación "no tejidos" a los artículos obtenidos por aglutinado de fibras por medio de un aglutinante natural o sintético; en la presente exposición, la expresión "no tejidos" deberá comprenderse según esta segunda acepción.

10. Existe una abundante literatura relativa a la fabricación de no tejidos con intervención de un aglutinante polimérico, estos documentos tratan, bien de la naturaleza de las fibras utilizadas, bien de la naturaleza del aglutinante, bien incluso de los procedimientos e instalaciones que permiten la fabricación de los artículos no tejidos. Según las aplicaciones particulares, se ha hecho mención a fibras vegetales (madera, lino, yute, cáñamo, sisal, coco, Kapok, ramina), a fibras de origen animal (lana, pelos de cabra, camello, conejo), a fibras de polímeros artificiales (acetato de celulosa) o sintéticas (poliéster, poliamida, poliacrilonitrilo) o también a fibras de vidrio, fibras de amianto. Igualmente se han utilizado aglutinantes naturales (celulosa, caucho natural) o sintéticos (copolímeros butadieno-estireno, butadieno-acrilonitrilo, acetato de polivinilo, (co)polímeros acrílicos o metacrílicos, policloruro de vinilo, policloropreno, resinas melamina-formol, urea-formol, resinas epoxi).

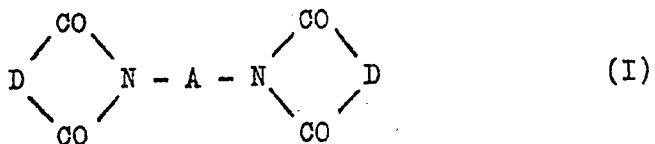
25. La presente invención tiene por objeto una nueva categoría de artículos no tejidos, destinados mas particularmente a aplicaciones que requieren una gran estabilidad térmica.

30. Los artículos según la invención se presentan en forma de una napa de fibras ligadas entre sí por un polímero sintético, y se caracterizan porque:



- a) el material que constituye las fibras es infusible o presenta un punto de reblandecimiento superior a 180°C.
- b) el aglutinante es un polímero obtenido a partir de una N,N'-bis-imida de ácido dicarboxílico no saturado de fórmula general:

5.



en la que D representa un radical orgánico divalente que contiene un doble enlace carbono-carbono y A es un radical orgánico divalente que posee de 2 a 30 átomos de carbono, y de una poliamina de fórmula general:



10.

en la que X es un número entero al menos igual a 2 y R representa un radical orgánico de valencia x, siendo la cantidad de bis-imida de 0,55 a 25 moles por agrupamiento molar $-\text{NH}_2$ aportado por la poliamina;

15.

c) la proporción ponderal de aglutinante representa del 5 al 150 % del peso de las fibras secas utilizadas.

20.

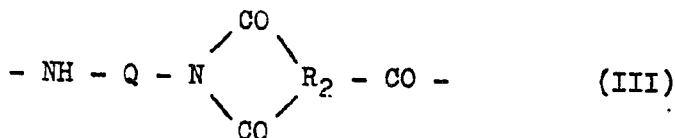
Las fibras utilizadas en la invención pueden elegirse de entre las diferentes fibras que presentan las propiedades enunciadas precedentemente. Mas precisamente, puede tratarse de fibras inorgánicas tales como las fibras de vidrio, las fibras de carbono, las fibras de óxido de aluminio y de zirconio, las fibras de amianto, las fibras de boro, las fibras metálicas, por ejemplo las fibras de cobre, las fibras de acero; puede tratarse igualmente de fibras procedentes de polímeros orgánicos. Como ejemplos de tales polímeros, se pueden citar los poliésteres del tipo politereftalato de etilen glicol, las

25.

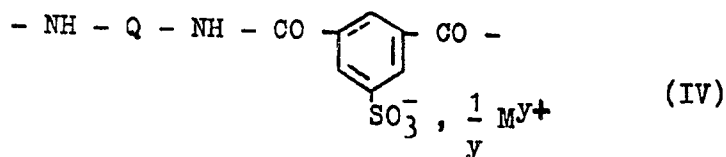


5. poliamidas obtenidas por policondensación de la caprolactama o por reacción del ácido adípico con la hexametilén diamina, el poliacrilonitrilo, los polímeros fluorados tal como el politetrafluoretileno, o los copolímeros del tetrafluoretileno y del hexafluorpropileno. Otros ejemplos de polímeros susceptibles de conformarse en forma de fibras y que convienen particularmente para la fabricación de artículos no tejidos que deben soportar durante largos períodos temperaturas de 200° ó superiores son los polímeros del tipo poliamida-imida,
10. tales como los politrimelamida-imida o las poliamidas procedentes de reactivos totalmente aromáticos.

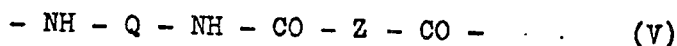
Las politrimelamida-imidas pueden definirse como que comprenden una pluralidad de motivos de fórmula:



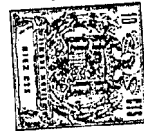
eventualmente asociados a motivos de fórmula:



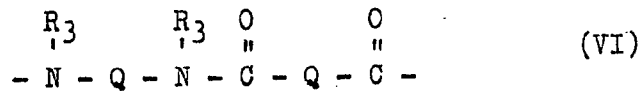
15. y/o con motivos de fórmula:



20. en las que el símbolo Q representa un radical divalente que comprende al menos un núcleo bencénico, R₂ representa un radical aromático trivalente, Z representa un radical divalente, aromático, alifático o cicloalifático, M representa un ión de metal alcalino o alcalino-terreo e y es igual a 1 ó 2.



Las poliamidas totalmente aromáticas pueden definirse como constituidas por unidades recurrentes de fórmula:



5. en la que los diversos símbolos Q, idénticos o diferentes, tienen el significado anteriormente indicado y los símbolos R₃, idénticos o diferentes, representan un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que tenga de 1 a 4 átomos de carbono. Debe entenderse que se puede utilizar en la fabricación de artículos según la invención un solo tipo de fibras o, por el contrario, mezclas de fibras. Estas fibras tienen generalmente una longitud comprendida entre 0,2 y 50 mm y su título, expresado en decitex está comprendido generalmente entre 0,5 y 20.

10. Tal como se ha indicado, los reactivos utilizados para obtener los aglutinantes utilizados en la invención son, por una parte, una bis-imida de fórmula (I) y, por otra parte, una poliamina de fórmula (II).

15. En la fórmula (I), el símbolo D deriva de un anhídrido de ácido etilénico dicarboxílico de fórmula general:



20. que puede ser el anhídrido maleico, el anhídrido citracónico, el anhídrido itacónico, el anhídrido pirocincónico, el anhídrido dicloromaleico así como los productos de reacción de Diels-Alder entre uno de estos anhídridos con un dieno acíclico, alicíclico o heterocíclico. En los que se refiere a los



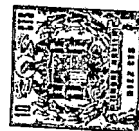
donde R₁ representa un átomo de hidrógeno, un radical alquilo que tenga de 1 a 4 átomos de carbono, fenilo o ciclohexilo, X representa un radical alquileo que tenga menos de 13 átomos de carbono.

5. Además, los diferentes radicales fenileno o ciclohexileno pueden estar sustituidos por agrupamientos metilo.

A título de ejemplos específicos de bis-imidas (I) se pueden citar:

- la N,N'-etilen-bis-imida maleica
10. la N,N'-hexameten-bis-imida maleica
- la N,N'-metafenilen-bis-imida maleica
- la N,N'-parafenilen-bis-imida maleica
- la N,N'-4,4'-difenilmetano-bis-imida maleica
- la N,N'-4,4'-difeniléter-bis-imida maleica
15. la N,N'-4,4'-difenilsulfona-bis-imida maleica
- la N,N'-4,4'-diciclohexilmetano-bis-imida maleica
- la N,N'-4,4'-difenil-3,5 piridina bis-imida maleica
- la N,N'-piridinediil-2,6 bis-imida maleica
- la N,N'- α, α' -4,4'-dimetilen ciclohexano-bis-imida maleica
20. la N,N'-metaxililen-bis-imida maleica
- la N,N'-paraxililen-bis-imida maleica
- la N,N'-4,4'-difenilciclohexano-bis-imida maleica
- la N,N'-metafenilen-bis-imida tetrahidroftálica
- la N,N'-4,4'-difenilmetano-bis-imida citracónica
25. la N,N'-4,4'-difenil-1,1 propano-bis-imida maleica
- la N,N'-4,4'-trifenilmetano-bis-imida maleica
- la N,N'-4,4'-trifenil-1,1,1 etano-bis-imida maleica
- la N,N'-3,5-triazol-1,2,4-bis-imida maleica.

- Estas bis-imidas pueden prepararse por aplicación de
30. los métodos descritos en la patente americana 3 018 290 y la



patente inglesa 1 137 592.

La poliamida (II) puede ser una diamina bprimaria de fórmula general

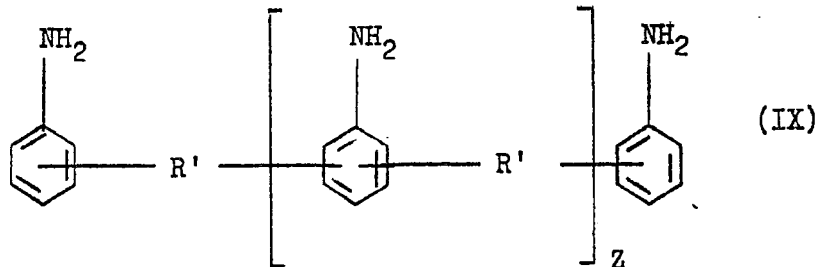


- en la que el símbolo E representa uno de los radicales que representa el radical A. Como ejemplos de diaminas bprimarias se pueden citar el diamino-4,4' dicitclohexilmetano, el diamino-1,4 ciclohexano, la diamina-2,6 piridina, la metafe-nilen diamina, la parafenilen diamina, el diamino-4,4'-dife-nilmetano, el bis(amino-4 fenil)-2,2 propano, la benzidina,
5. el óxido de diamino-4,4' fenilo, el sulfuro de diamino-4,4' fenilo, la diamino-4,4' difenilsulfona, el óxido de bis(amino-4 fenil) metilfosfina, el óxido de bis(amino-4 fenil)fenil fosfina, la N,N-bis(amino-4 fenil)metilamina, el diamino-1,5 naftaleno, la metaxililen diamina, la paraxililen diamina, el
10. bis(para-aminofenil)-1,1 ftalano, la hexametilen diamina, el diamino-6,6' bpiridilo-2,2', la diamino-4,4' benzofenona, el diamino-4,4' azobenceno, el bis(amino-4 fenil)fenilmetano, el bis(amino-4 fenil)-1,1 ciclohexano, el bis(amino-4 metil-3 fenil)-1,1 ciclohexano, el bis(m-aminofenil)-2,5 oxadiazol-1,3,4, el bis(p-aminofenil)-2,5 oxadiazol-1,3,4, el bis(m-ami- nofenil)-2,5 tiazol(4,5-d)tiazol, el di(m-aminofenil)-5,5' bis(oxadiazolil-1,3,4)-(2,2'), el bis(p-aminofenil)4,4' bi- tiazol-2,2', el m-bis[(p-aminofenil-4)tiazolil-2]benceno, el
15. bis(m-aminofenil)-2,2' bibenzimidazol-5,5', la diamino-4,4' benzanilida, el diamino-4,4' benzoato de fenilo, la N,N'-bis-(amino-4 benzoil)p-fenilen diamina, el bis(m-aminofenil)3,5 fenil-4 triazol 1,2,4, el N,N'-bis(p-aminobenzoil) diamino-4, 4' difenilmetano, el bis p-(amino-4 fenoxicarbonil) benceno, el bis p-(amino-4 fenoxi)benceno, el diamino-3,5 triazol-1,2,
20. el bis p-(amino-4 fenoxi)benceno, el diamino-3,5 triazol-1,2,
25. el bis p-(amino-4 fenoxi)benceno, el diamino-3,5 triazol-1,2,



4, el bis(amino-4 fenil)-1,1 fenil-1 etano, la bis(amino-4 fenil)-3,5 piridina.

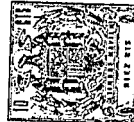
- Entre las poliamidas (II) diferentes a las diaminas bi-primarias, se utilizarán de preferencia las que tengan menos de 50 átomos de carbono y que posean de 3 a 5 agrupamientos -NH_2 por molécula. Los agrupamientos -NH_2 pueden estar enlazados a un nucleo bencénico eventualmente sustituido por agrupamientos metilo, a un nucleo naftalénico, piridínico o triazínico; igualmente pueden estar enlazados a varios núcleos bencénicos unidos entre si por un enlace de valencia simple o por un átomo o agrupamiento inerte que puede ser uno de los descritos anteriormente en el ámbito de la definición del símbolo A o bien -N- , -CH- , -OP(O)O- , -P(O)- . Como ejemplos de tales poliaminas, se pueden citar el triamino-1,2,4 benceno el triamino-1,3,5 benceno, el triamino-2,4,6 tolueno, el triamino-2,4,6 trimetil-1,3,5 benceno, el triamino-1,3,7 naftaleno, el triamino-2,4,4' difenilo, la triamino-2,4,6 piridina, el triamino-2,4,4' óxido de fenilo, el triamino-2,4,4' difenilmetano, la triamino-2,4,4' difenilsulfona, la triamino-2,4,4' benzofenona, el triamino-2,4,4' metil-3-difenilmetano, la N,N,N-tri(amino-4 fenil)amina, el tri(amino-4 fenil)metano, el triamino-4,4',4'' ortofosfato de fenilo, el óxido de tri(amino-4 fenil) fosfina, el triamino-3,5,4' benzanilida, la melamina, la tetraamino-3,5,3',5' benzofenona, el tetraamino-1,2,4,5 benceno, el tetraamino-2,3,6,7 naftaleno, la diamino-3,3' benzidina, el tetraamino-3,3',4,4' óxido de fenilo, el tetraamino-3,3',4,4'-difenilmetano, la tetraamino-3,3',4,4' difenilsulfona, la bis(diamino-3,4' fenil)-3,5 piridina, los oligómeros del tipo



en la que Z representa un número que va de 0,1 a 2 aproximadamente, y R' representa un radical hidrocarbonado divalente, que tenga de 1 a 8 átomos de carbono, derivado de un aldehído o de una cetona de fórmula general



5. en la que el átomo de oxígeno está unido a un átomo de carbono del radical R'; aldehídos y cetonas típicos son el formol, el acetaldehído, el benzaldehído, el cenantal, la acetona, la metiletilcetona, la hexanona-2, la ciclohexanona, la acetofenona. Estos oligómeros con agrupamientos amino pueden obtenerse según procedimientos conocidos tales como los descritos
10. en las patentes francesas 1 430 977, 1 481 935 y 1 533 596; las mezclas brutas de oligómeros obtenidas según estos procedimientos pueden enriquecerse en uno o en varios de los constituyentes, por ejemplo por destilación bajo presión reducida.
15. Los polímeros utilizados como aglutinantes en la fabricación de los artículos no tejidos según la invención, pueden en el material terminado, encontrarse en estadio de prepolímero (a) o en estadio de resina completamente reticulada. El estadio prepolímero debe entenderse aquí por una sustancia polímera que presenta propiedades diferentes de las de los reactivos de partida, considerados aisladamente o en simple mezcla
20. a temperatura ambiente, y que presentan igualmente un punto de reblandecimiento y una solubilidad en disolventes orgáni-



cos, tales como los disolventes polares apróticos (dimetilformamida, dimetilacetamida, N-metilpirrolidona por ejemplo).

El término resina completamente reticulada debe entenderse aquí por un material infusible e insoluble en disolventes tales como los citados anteriormente.

5.

La preparación del prepolímero (a) puede efectuarse por calentamiento entre 50°C y 250°C de la bis-imida y de la poliamina eventualmente sometidas previamente a una mezcla íntima.

10.

Entre los prepolímeros (a), se mencionarán en particular aquellos cuyo punto de reblandecimiento está situado entre 50°C y 200°C; pueden obtenerse calentando la bis-imida y la poliamina en masa hasta la obtención de una mezcla homogénea líquida o pastosa. La temperatura puede variar en función del punto de fusión de los reactivos de partida pero, por regla general, se sitúa entre 80°C y 180°C. Es ventajoso efectuar una homogeneización previa de la mezcla de los reactivos. La preparación de los prepolímeros puede efectuarse igualmente por calentamiento de los reactivos en el seno de un disolvente polar tal como la dimetilformamida, N-metilpirrolidona, dimetilacetamida, N-metilcaprolactama, dietilformamida, N-acetilpirrolidona, a una temperatura comprendida entre 50°C y 180°C.

15.

20.

25.

Tal como se precisará mas adelante, los prepolímeros (a) pueden utilizarse en forma de soluciones tales como las definidas anteriormente o en forma de polvo seco o también de polvo en suspensión en un no-disolvente del prepolímero.

30.

Generalmente, la preparación de los prepolímeros (a) no hace intervenir mas que la bis-imida y la poliamina. Sin embargo se puede operar igualmente en presencia de un ácido



fuerte. Por ácidos fuertes, se entienden en el sentido de Brönsted mono- o poliácidos una de cuyas funciones al menos posee una constante de ionización pK_a inferior a 4,5.

5. Puede tratarse de ácidos minerales tales como el clorhídrico, sulfúrico, nítrico, fosfórico, eventualmente sustituidos por un radical orgánico y entre estos últimos, se pueden citar los ácidos sulfónicos y fosfónicos. Puede tratarse igualmente de ácidos carboxílicos, los cuales pueden ser de estructura simple o poseer agrupamientos que no perturben la reacción entre la bis-imida (I) y la diamina (II). El ácido preferido es el ácido maleico, Generalmente se emplean cantidades ponderales de ácido que representan de 0,5 a 5 % con relación al peso de la bis-imida (I) utilizada.

10. Los artículos no-tejidos según la invención pueden fabricarse según diversas técnicas.

15. Por una parte, la formación de la napa de fibras puede obtenerse por vía seca o por vía húmeda, igualmente denominada vía papelaera; por otra parte el aglutinante - que, en el estadio de la preparación de los artículos no-tejidos, no debe sobrepasar el estadio del prepolímero - puede utilizarse en forma de polvo seco, de solución o de suspensión. Por otra parte, la incorporación del aglutinante puede intervenir en diferentes momentos de la fabricación de los artículos no tejidos.

20. En lo que sigue, se reserva el término de "napa" para designar la parte textil de los artículos según la invención, considerada en el estadio final de su fabricación, pudiéndose obtener esta napa a su vez a partir de varias capas de fibras, que se denominarán "velo".

25. Mas precisamente, según la técnica en seco, la napa de

30.



5. fibras puede estar constituida por fibras paralelas, cruzadas o dispuestas al azar. Generalmente las napas con fibras paralelas se obtienen por cardado: dada la gran ligereza de los velos obtenidos según esta técnica, se pueden superponer varios velos - antes de la intervención del aglutinante - con vistas a obtener el espesor deseado. Las napas con fibras cruzadas se obtienen generalmente por superposición de velos de fibras paralelas, estando orientadas las citadas fibras en direcciones diferentes según los velos. Generalmente, el ángulo de cruce de los velos se elige en función de la utilización final del no-tejido. La napa así obtenida puede utilizarse tal cual; sin embargo es deseable generalmente prensar la citada napa con vistas a consolidarla.

10. La napa de fibras puede además estar constituida por fibras dispuestas al azar. Generalmente la técnica usual consiste en proyectar las fibras - previamente abiertas por medios mecánicos - contra un tamiz condensador, bajo el efecto de un chorro de aire.

15. Otras técnicas pueden aplicarse además con vistas a obtener napas de fibras en seco. También se puede, cuando el material constituyente es adecuado, preparar napas de fibras inmediatamente a la salida de las fibras. El enmarañado de las fibras puede obtenerse según diversas técnicas que son actualmente bien conocidas y generalmente denominadas por la expresión anglosajona "spun-bonded".

20. Debe entenderse que los procedimientos brevemente expuestos anteriormente no deben considerarse como que entrañan una limitación de la invención a las napas obtenidas según las únicas indicaciones que las definen. En particular los tratamientos mecánicos que acompañan generalmente a la forma-

25.

30.



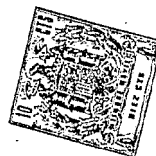
ción de la napa de fibras tal como agujeteado con sus diversas variantes no se salen del ámbito de la invención.

Igualmente, la obtención de napas de fibras obtenidas por vía papelera debe entenderse por cualquier napa obtenida por eliminación del agua, a través de un soporte poroso, de una dispersión de fibras. Las técnicas operatorias, tales como las condiciones de agitación y de dispersión de las fibras, la velocidad de fabricación de la napa de fibras o también el material utilizado en esta operación son ahora bien conocidos.

En lo que se refiere a la incorporación del aglutinante, se ha indicado precedentemente que puede tratarse de un polvo seco, de una solución o de una dispersión, generalmente acuosa. Estos diversos modos operatorios pueden aplicarse tanto sobre napas obtenidas por un procedimiento en seco como por un procedimiento húmedo (tras secado de la napa). Se puede en efecto proyectar el aglutinante prepolímero (bajo sus tres presentaciones) sobre la napa y a continuación eliminar en caso dado el medio disolvente o de dispersión y calentar el conjunto para provocar una fusión o un reblandecimiento del prepolímero.

Igualmente se puede hacer pasar la napa por un baño constituido por la solución o dispersión de aglutinante y a continuación terminar el tratamiento como precedentemente.

Cuando se prepara la napa de fibras por vía húmeda, una técnica ventajosa de incorporación del aglutinante consiste en utilizar una dispersión de este último y mezclar esta dispersión con la dispersión de fibras. Esta técnica presenta el interés de asegurar una buena distribución del aglutinante en el seno de las fibras, lo que conduce a artículos que presentan una gran regularidad de las propiedades, mecáni



cas principalmente, en toda su superficie.

5. Cuando el aglutinante está en forma de polvo seco o de dispersión, la dimensión media de las partículas está comprendida generalmente entre 20 y 250 μ y, preferentemente, entre 40 y 160 μ . De una manera general, aunque no indispensable, la dispersión del polvo de aglutinante y la dispersión de las fibras en agua (en una fabricación por vía húmeda) se efectúan con intervención de un agente dispersante o tensio-activo. Se puede hacer mención a agentes conocidos de tipo aniónico, catiónico o no iónico. La cantidad de agente dispersante puede representar hasta el 25 % del peso del aglutinante y/o 200 % del peso de las fibras. Preferentemente esta proporción está comprendida entre el 1 y el 20 % del peso del aglutinante y entre el 1 y el 150 % del peso de las fibras.

10. La proporción ponderal del aglutinante en los artículos según la invención representa, preferentemente del 25 al 100 % del peso de las fibras secas.

15. En los artículos no tejidos según la invención, el aglutinante puede encontrarse en estadio de prepolímero. En este caso, el calentamiento entraña la fusión o el reblandecimiento del prepolímero, se efectúa preferentemente entre 80 y 160°C, su duración varía generalmente entre 5 mn y 1 a 3 horas. En el transcurso de este calentamiento, los artículos pueden encontrarse a presión atmosférica o bajo una presión superior (0,5 a 3 bares por ejemplo).

20. Si se desea provocar una reticulación completa de la resina (estadio b) es deseable proceder a un recocido que dure en general de 12 horas a varios días y que se efectúa a una temperatura que puede alcanzar 350°C y habitualmente comprendida entre 150 y 300°C. Naturalmente, debe tenerse en
- 25.
- 30.



cuenta en la elección de la temperatura del recocido, la naturaleza de las fibras utilizadas, algunas de las cuales presentan un punto de reblandecimiento inferior a 300-350°.

5. Los artículos no tejidos según la invención se caracterizan por propiedades mecánicas elevadas - en particular resistencia a la tracción - a temperatura ambiente y por una excelente conservación de estas propiedades, a temperaturas que varían entre 180 y 300° según los tratamientos efectuados sobre el aglutinante.

10. Pueden utilizarse en aplicaciones industriales diversas tales como en particular, filtros para desempolvado de los humos o regeneración en continuo de los aceites de motor, almas para guarniciones aislantes en las aplicaciones eléctricas, soportes de catalizadores.

15. Los ejemplos siguientes, dados a título no limitativo, ilustran la invención y muestran como puede llevarse a la práctica.

EJEMPLO 1

20. Se dispersan bajo agitación manual 1,8 g de polvo de un prepolímero poliimida (diámetro de las partículas comprendido entre 100 y 160 μ - punto de reblandecimiento 104°C) en 50 cm³ de agua que contiene 0,1 g de un agente tensio-activo (sal de sodio de un alquilsulfato secundario) comercializado bajo la marca registrada Teepol.

25. Por otra parte, se dispersan bajo agitación manual, en 500 cm³ de agua que contienen 2,5 g del mismo agente dispersante, 1,8 g de fibras de poliamida aromática.

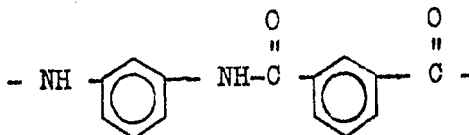
30. El prepolímero poliimida se obtiene por calentamiento a 165° durante 20 mn de una mezcla de N,N'-4,4'-(difenilmetano) bis-imida maleica y de bis(amino-4 fenil)metano, (relación mo



lar imida/diamina: 2,5).

Las fibras de poliamida aromática - que estan comercializadas por la Societé DU PONT DE NEMOURS bajo la marca "NOMEX" - proceden de un polímero que comprende una pluralidad de motivos de fórmula:

5.



La longitud media de las fibras es de 6 mm y su título de 2,2 dtex.

10.

Las dos dispersiones se mezclan y a continuación se introducen en una máquina de papel (aparato "Formette Franck" equipada con una rejilla con malla cuadrada de 120 μ de lado), la mezcla agitada se lleva a aproximadamente 6 litros por adición de agua. Se elimina el agua por aplicación del vacío (presión reducida a 100 mm de mercurio); la napa obtenida se seca a 93° durante 9 mn y a continuación se prensa durante 1 hora a 180° bajo presión de 2 bares.

15.

Se miden entonces las características del artículo no tejido.

- gramado : 91,4 g/m²

- Resistencia a la rotura a la tracción (Norma AFNOR Q 03004)

20.

- a 20° 21,800 kg para una anchura de 5 cm.

- a 200° 17,150 kg para una anchura de 5 cm.

- Longitud de rotura:

- a 20° 4775 m.

- a 200° 3750 m.

25.

- Alargamiento a la rotura (Norma AFNOR Q 03004):

- a 20° 7,4 %

- a 200° 8,4 %

EJEMPLO 2

Se repite el ensayo del ejemplo 1, pero utilizando 0,900 g del polvo de poliimida.

En estas condiciones características del artículo obtenido son las siguientes:

5. - gramado : 64,4 g/m²
- resistencia a la rotura a la tracción
- a 20° 8,420 kg para una anchura de 5 cm.
 - a 200° 6,920 kg para una anchura de 5 cm.
10. - Longitud de la rotura:
- a 20° 2 620 metros
 - a 200° 2 145 metros.
- Alargamiento a la rotura:
- a 20° 5 %
 - 15. - a 200° 7,4 %.

EJEMPLO 3

Se repite el ensayo del ejemplo 1, pero utilizando 0,450 g del polvo de poliimida.

En estas condiciones las características del artículo no tejido son las siguientes:

20. - gramado : 54,4 g/m²
- resistencia a la rotura a la tracción:
- a 20° 3,33 kg para una anchura de 5 cm
 - a 200° 1,14 kg para una anchura de 5 cm.
25. - Longitud de rotura:
- a 20° 1 225 m
 - a 200° 420 m.
- Alargamiento a la rotura:
- a 20° 2 %
 - 30. - a 200° 2,1 %

EJEMPLO 4

Se dispersan bajo agitación manual, en 500 cm³ de agua que contienen 2,5 g del agente dispersante descrito en el ejemplo 1, 1,8 g de las fibras de poliamida aromática del ejemplo 1.

5.

La suspensión se introduce sobre máquina de papel como se ha indicado en el ejemplo 1. Tras eliminación del agua, se obtiene una napa de fibras no ligadas dispuestas al azar sobre la rejilla del aparato.

10.

Esta napa, de 314 cm² de superficie, se trata por espolvoreo por medio de 1,1 g de un polvo de granulometría comprendida entre 40 y 100 μ constituido por el prepolímero del ejemplo 1.

15.

Tras paso a 180° durante 1 h y bajo 2 bares se obtiene un artículo que presenta las características siguientes:

- gramado: 95,5 g/m²
- resistencia a la rotura a la tracción:
 - a 20° 6,50 kg para una anchura de 5 cm
 - a 200° 6,40 kg para una anchura de 5 cm.

20.

- Longitud de rotura:
 - a 20° 1 360 m
 - a 200° 1 340 m.
- Alargamiento a la rotura:

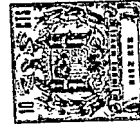
25.

- a 20° 4,6 %
- a 200° 6,2 %.

EJEMPLO 5

Se repite el ensayo del ejemplo 1, pero utilizando fibras de politrímelamida-imida de 6 mm de longitud media y de título 2,2 dtex. Las fibras de politrímelamida-imida se obtienen por hilatura seca de un polímero de viscosidad inheren

30.



te 1,01 (solución con 5 g/l en N-metilpirrolidona) obtenido a partir de:

- 100 moles de bis(isocianato-4 fenil)metano
- 80 moles de anhídrido trimelico
- 5. - 20 moles de ácido tereftálico.

El artículo obtenido presenta las características siguientes:

- gramado: 94,7 g/m²
- resistencia a la rotura a la tracción:
 - 10. - a 20° 13,920 kg para una anchura de 5 cm
 - a 200° 9,320 kg para una anchura de 5 cm.
- longitud de rotura a 20° 2 940 m
 - a 200° 1 970 m
- alargamiento a la rotura:
 - 15. - a 20° 4 %
 - a 200° 6,6 %

EJEMPLO 6

Se repite el ensayo del ejemplo 2, utilizando las fibras del ejemplo 5.

- 20. El artículo obtenido presenta las características siguientes:
 - gramado: 72,6 g/m²
 - resistencia a la rotura a la tracción
 - 25. - a 20° 10,900 kg para una anchura de 5 cm
 - a 200° 5,950 kg para una anchura de 5 cm
 - longitud de rotura:
 - 20° 3 000 metros
 - 200° 1 640 metros
 - alargamiento a la rotura:
 - 30. - a 20° 4,3 %



- a 200° 5,9 %.

EJEMPLO 7

Se repite el ensayo del ejemplo 3, utilizando las fibras del ejemplo 5 de longitud media 6 mm y de título 2,2 de citex.

5.

El artículo obtenido presenta las características siguientes:

- gramado: 59,4 g/m²

- resistencia a la rotura a la tracción:

10.

- a 20° 2,760 kg para una anchura de 5 cm

- a 200° 1,800 kg para una anchura de 5 cm.

- longitud de rotura:

- a 20° 930 metros

- a 200° 606 metros

15.

- alargamiento a la rotura:

- a 20° 3,6 %

- a 200° 5,2 %

EJEMPLO 8

20.

Se repite el ensayo del ejemplo 1, utilizando el aparato Fornette FRANK equipado de una rejilla de malla rectangular de 120 x 240 micras.

25.

Una parte de las probetas se somete al ensayo de tracción como en los ejemplos precedentes es decir tras prensado de la hoja durante 1 h a 180° bajo una presión de 2 bares, la otra parte de las probetas se somete además a un tratamiento térmico a 250° durante 24 horas.

Se miden las características a 200° en uno y otro caso.

30.

- gramado: 83,8 g/cm²

- resistencia a la rotura a la tracción a 200°



- sin tratamiento térmico 6,950 kg para una anchura de 5 cm.
- tras tratamiento térmico 7,250 kg para una anchura de 5 cm.
- longitud de rotura a 200°
 - sin tratamiento térmico 1 690 metros
 - tras tratamiento térmico 1 700 metros.
- alargamiento a la rotura a 200°
 - sin tratamiento térmico 9,4 %
 - tras tratamiento térmico 3,5 %.

5.

EJEMPLO 9

10.

Se repite el ensayo del ejemplo 8, utilizando como composición fibrosa la mezcla siguiente:

- 1,8 g de fibras de poliamida aromática del ejemplo 1
- 0,675 g de fibras de amianto de longitud media 3 mm diámetro comprendido entre 0,5 y 5 micras.

15.

El artículo obtenido presenta las características siguientes:

- gramado: 102 g/m².
- resistencia a la rotura a la tracción a 200°
 - sin tratamiento térmico 11,100 kg para una anchura de 5cm

20.

- tras tratamiento térmico 12,500 kg para una anchura de 5cm
- longitud de rotura a 200°
 - sin tratamiento térmico 2.155 metros
 - tras tratamiento térmico 2.460 metros.

25.

- alargamiento a la rotura a 200°
 - sin tratamiento térmico 7 %
 - tras tratamiento térmico 4 %.

EJEMPLO 10

Se repite el ensayo del ejemplo 8, utilizando las fibras del ejemplo 5.

30.

El artículo presenta las características siguientes:



- gramado: 82,8 g/m²
- resistencia a la rotura a la tracción a 200°
 - sin tratamiento térmico 3,500 kg para una anchura de 5 cm
 - tras tratamiento térmico 3,250 kg para una anchura de 5 cm
- 5. - longitud de rotura a 200°:
 - sin tratamiento térmico 850 metros
 - tras tratamiento térmico 790 metros
- alargamiento a la rotura a 200°
 - sin tratamiento térmico 6,3 %
 - 10. - tras tratamiento térmico 2 %.

EJEMPLO 11

Se repite el ensayo del ejemplo 10, utilizando como composición fibrosa la mezcla siguiente:

- 1,8 g de fibras del ejemplo 5
- 15. - 0,675 g de fibras de amianto de longitud media 3 mm y de diámetro comprendido entre 0,5 y 5 micras.

El artículo obtenido presenta las características siguientes:

- gramado: 106 g/m²
- 20. - resistencia a la rotura a la tracción a 200°:
 - sin tratamiento térmico 7,030 kg para una anchura de 5 cm
 - tras tratamiento térmico 5,250 kg para una anchura de 5 cm
- longitud de rotura a 200°:
 - sin tratamiento térmico 1 330 metros
 - 25. - tras tratamiento térmico 1 000 metros
- alargamiento a la rotura a 200°:
 - sin tratamiento térmico 6,4 %
 - tras tratamiento térmico 1,9 %.

EJEMPLO 12

- 30. Se repite el ensayo del ejemplo 1, utilizando como fi-



bras , fibras de carbono de longitud media 6 mm y de diámetro medio 9 micras.

El artículo obtenido presenta las características siguientes:

5. - gramado: 101,6 g/m²
- resistencia a la rotura a la tracción:
- a 20° 2,530 kg para una anchura de 5 cm
 - a 200° 1,530 kg para una anchura de 5 cm.
- longitud de rotura:
10. - a 20° 500 metros
- a 200° 300 metros.
- alargamiento a la rotura:
- a 20° 0 %
 - a 200° 0,5 %.

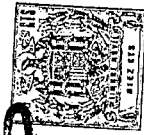
15. EJEMPLO 13

Se repite el ensayo del ejemplo 1, utilizando como fibras fibras de vidrio de longitud media 3 mm y de diámetro medio 10 micras.

El artículo obtenido presenta las características siguientes:

20. - gramado: 90 g/m²
- resistencia a la rotura a la tracción
- a 20° 10,3 kg para una anchura de 5 cm
 - a 200° 5,85 kg para una anchura de 5 cm.
25. - longitud de rotura
- a 20° 2290 m
 - a 200° 1296 m
- alargamiento a la rotura
- a 20° 1 %
30. - a 200° 2 %.

407810



EJEMPLO 14

Se repite el ensayo del ejemplo 2 utilizando como fibras fibras de vidrio de longitud media 3 mm y de diámetro medio 10 micras.

5.

El artículo obtenido presenta las características siguientes:

- gramado: 67,6 g/m²

- resistencia a la rotura a la tracción

- a 20° 4,4 kg para una anchura de 5 cm

10.

- a 200° 2,58 kg para una anchura de 5 cm

- longitud de rotura

- a 20° 1297 m

- a 200° 765 m

- alargamiento a la rotura

15.

- a 20° 1 %

- a 200° 2 %.

- 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 Solicitud de Patente, presentada en Francia, con fecha 20 de octubre de 1971, bajo el número

25.

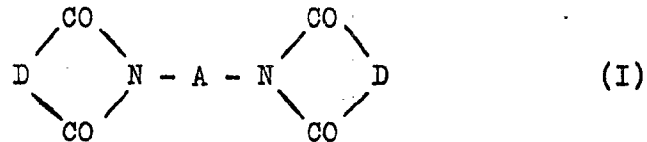
71 37669, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PRO

30.

CEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN ARTICULO NO TEJIDO; caracterizándose por lo siguiente:



5. 1^a.- Procedimiento para la obtención de un artículo no tejido, caracterizado porque comprende formar una napa de fibras, de un material infusible o que presenta un punto de reblandecimiento superior a 180°C, y a continuación incorporar a dicha napa un aglutinante, en forma de polvo de granulometría comprendida entre 20 y 250 μ , cuyo aglutinante procede de la reacción de una N,N'-bis-imida de ácido dicarboxílico no saturado de fórmula general:



10. en la que el símbolo D representa un radical orgánico divalente que contiene un doble enlace carbono-carbono y el símbolo A representa un radical orgánico divalente que contiene de 2 a 30 átomos de carbono, con una poliamina de fórmula general:



15. en la que x es un número entero, al menos igual a 2, y R representa un radical orgánico de valencia x, siendo la cantidad de bis-imida de 0,55 a 25 moles por agrupamiento molar $-\text{NH}_2$ aportado por la poliamida, en una proporción ponderal comprendida entre el 5 y el 150 % del peso de las fibras secas utilizadas, y, finalmente, provocar la aglutinación de las fibras por fusión del aglutinante.

20. 2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las fibras son fibras inorgánicas y/o orgánicas.

3^a.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el aglutinante se obtiene a partir de N,N',4,4'(difenilmetano)bis-imida maleica y de bis(amino-4



fenil)metano.

4^a.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la relación molar bis-imida/diamina es de 2,5.

5. 5^a.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el aglutinante se obtiene calentando bis-imida y poliamina entre 50 y 250° y presenta un punto de reblandecimiento comprendido entre 50 y 200°.

10. 6^a.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el aglutinante se encuentra en forma de resina infusible.

15. 7^a.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque comprende mezclar una dispersión acuosa de fibras y una dispersión acuosa de aglutinante en forma de polvo de granulometría comprendida entre 20 y 250 μ y, a continuación, formar una napa por eliminación de agua y provocar la aglutinación de las fibras por fusión del aglutinante.

20. 8^a.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque comprende hacer seguir al tratamiento descrito en una de las reivindicaciones 1 a 7 de una cocción del artículo a una temperatura entre 150 y 350°C.

25. 9^a.- Procedimiento para la obtención de un artículo no tejido, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 27 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 20 OCT. 1972
RHONE-POULENC, S.A.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmado: L. Gueta Fernández