

420526



P.- 55.882

Hoe 72/F 358

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
VORMALS MEISTER LUCIUS & BRÜNING

entidad / ~~denacionalidad~~ alemana

con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FIBRAS SINTE-
TICAS"

(Clase Internacional D06m)



Las fibras sintéticas, bajo las cuales se deben entender tanto filamentos continuos como también fibras cortadas, necesitan durante su procedimiento de obtención de una preparación, cuyo fin es impedir o reducir una carga electrostática así como, regular el comportamiento de deslizamiento, es decir, la fricción de deslizamiento entre hilo y metal (fricción dinámica) y la fricción de adherencia entre hilo e hilo (fricción estática). Sin embargo, en tal caso hay que dar la seguridad de que este agente de preparación introducido durante la producción de la fibra puede ser eliminado de nuevo de la fibra sin dificultades durante el tratamiento subsiguiente de la fibra, bien antes de la tinción o bien en el apresto del género terminado, o de que no influye desfavorablemente en los procedimientos de tinción y de apresto.

Los requisitos antes mencionados para un agente de preparación, es decir, la regulación y optimización de los coeficientes de fricción y la evitación o la reducción de la carga electrostática, representan sólo una parte de los requisitos, que pueden ser diferentes de una fibra a otra o de fibra a filamento o cable.

Una importante condición previa adicional para el empleo técnico de los agentes de preparación es que éstos sean termoestables, es decir, que sean estables a temperaturas elevadas. Esto es de especial importancia



5 porque las fibras sintéticas son sometidas en grado creciente a tratamientos térmicos durante su producción y en la fabricación textil subsiguiente son objeto de nuevo de sollicitaciones a altas temperaturas. Así, por ejemplo, en la texturización, las fibras son tratadas a temperaturas que están muy poco por debajo de su punto de fusión.

Los agentes de preparación o avivadores usuales se pueden subdividir en dos grupos .

10 a) en emulsiones a base de aceites de parafina, aceites o ceras vegetales o animales

y

b) soluciones o dispersiones acuosas, que están exentas de tales aceites y ceras.

15 Según el tipo de la fibra y según que se efectúe una transformación en filamentos continuos o fibras cortadas, es necesario a veces combinar agentes de preparación de composiciones muy diferentes, para hacer óptimo el comportamiento de deslizamiento y el carácter
20 antiestático. Puesto que la mayoría de los agentes antiestáticos no son suficientemente termoestables, se añade a las mezclas de agentes de preparación sólo una cantidad de estos productos tal que justamente se alcanza el efecto antiestático suficiente en la práctica para satisfacer
25 los requisitos. Una desventaja adicional de la mayor par-



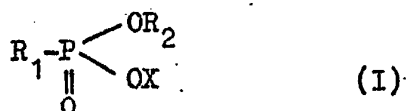
te de los agentes antiestáticos es su coeficiente de fricción dinámica relativamente elevado, que hace necesaria una combinación con otros productos que producir capacidad para deslizamiento.

5 Comprendiblemente, tales mezclas de sustancias con efecto antiestático y de componentes que reducen la fricción por deslizamiento representan siempre un compromiso. Por ello existe desde hace tiempo una necesidad de agentes antiestáticos que den simultáneamente una baja
10 fricción dinámica entre fibra y metal y que tengan una elevada estabilidad térmica.

Es conocido que ésteres de ácido ortofosfórico son buenos agentes antiestáticos. Sin embargo, estos productos muestran por lo general una elevada fricción dinámica entre fibra y metal y una estabilidad térmica insuficiente, de forma que no se han manifestado como óptimos para un empleo en la preparación de fibras. Ciertamente son aquí posibles, dentro de un cierto grado, modificaciones, por ejemplo por reacción del ácido fosfórico
15 con poliglicoles o con alcoholes polivalentes, pero con ello no se pueden impedir por completo los inconvenientes mencionados.

20 Se ha encontrado sorprendentemente que compuestos de la fórmula general I

25



5 en la que R₁ significa un radical alcoholo con 6 a 22 átomos de carbono, de preferencia con 8 a 18 átomos de carbono, incluido también un radical alcoholo ramificado de la fórmula



10 en la que R₃ y R₄ representan radicales alcoholo con 5 a 21 átomos de carbono en conjunto, R₂ significa un radical alcoholo con 1 a 4 átomos de carbono, y X significa un ión metálico polivalente o el ión amonio o un equivalente de un ión metálico del segundo grupo principal del sistema periódico de los elementos, son apropiados con ventaja especial como agentes de preparación o como componentes de agentes de preparación para fibras sintéticas.

15 Los compuestos de la fórmula I poseen una elevada estabilidad térmica, un efecto antiestático muy bueno y comunican al mismo tiempo una escasa fricción dinámica entre fibra y metal.

25 Los compuestos a emplear según la invención son



en general solubles en agua o dispersables en agua; se pueden emplear como agentes de preparación para fibras sintéticas tanto solos como también en mezclas entre sí o con otros agentes de preparación conocidos de por sí, que, por ejemplo, regulan adicionalmente, o influyen favorablemente sobre, el comportamiento de fricción, la coherencia entre fibra y fibra y la capacidad de ser abiertas.

En el caso de emplearse una mezcla de los compuestos de la fórmula I con agentes de preparación conocidos, la proporción de los productos de fórmula I deben ser de por lo menos 5% en peso, en especial de más de 25% en peso y de preferencia de más de 60% en peso.

En la preparación de fibras sintéticas con los compuestos de la fórmula general I o con mezclas de éstos con agentes de preparación conocidos, la contribución total de agentes de preparación se mantiene por regla general desde aproximadamente 0,05 hasta aproximadamente 2,0%, referido al peso de fibra. Como de ordinario, los agentes de preparación pueden ser aplicados a partir de una solución, dispersión o emulsión acuosa, eventualmente con el empleo simultáneo de agentes de disolución o de dispersión adecuados. En tal caso la concentración del agente de preparación puede variar entre amplios límites; por lo general están en el margen desde 0,5 hasta aproximadamente 200



gramos por litro. En el caso de utilización como agente de preparación para la fabricación de fibras cortadas se eligen la mayoría de las veces concentraciones desde aproximadamente 0,5 hasta 50 g/l, y para la preparación
5 de filamentos continuos la mayor parte de las veces concentraciones de desde 50 hasta 200 g/l.

Como fibras sintéticas, para las que son utilizables los agentes de preparación según la invención, en tran en consideración, por ejemplo, fibras de poliésteres lineales, poliamidas, poliacrilonitrilo, poliolefinas y
10 sus copolímeros así como fibras de celulosa regenerada y de celulosa modificada, así como fibras de vidrio. De preferencia los compuestos de la fórmula I encuentran uti lización para la preparación de fibras de poliéster, poliamida y poliacrilonitrilo.
15

Para las especiales ventajas en el caso de empleo de los compuestos de la fórmula I para la preparación de fibras sintéticas es decisiva la elevada resistencia térmica de estos productos en combinación con la
20 elevada tersura dinámica, o las favorables propiedades de adherencia y de deslizamiento, que estos productos con fieren a la fibra. De ello resulta la ventaja especial para la fabricación de la fibra, de que se puede suprimir una aplicación posterior de preparación después del
25 estirado y de la fijación del cable de fibras, con lo que



al mismo tiempo se ahorra una operación de secado adicional antes del paso a la cámara de rizado. A causa de sus buenas propiedades antielectrostáticas y de su favorable comportamiento de fricción dinámica y estática, las fibras así preparadas se pueden transformar sin dificultades por aquellos procedimientos de hilatura, para los que de ordinario en las hilanderías textiles no existe ninguna posibilidad de aplicar un avivado posterior, tal como es el caso por ejemplo en los procedimientos de hilatura de algodón o de hilatura con tres cilindros.

Los compuestos de la fórmula general I poseen, junto a las propiedades antes citadas, en parte también un efecto plastificante sobre las fibras tratadas con ellos. Por ello los productos de la fórmula I pueden ser también empleados como plastificantes para materiales fibrosos de origen sintético o natural. También para estas finalidades de utilización, influyen ventajosamente las propiedades antielectrostáticas de los productos.

Los compuestos de la fórmula I, a emplear según la invención, se pueden preparar por procedimientos conocidos de por sí. Se pueden obtener por saponificación alcalina de ésteres dialcohólicos de ácidos alcan-fosfónicos. Los últimos se pueden preparar, por ejemplo, por la reacción de adición de fosfitos de dialcoholo con olefinas de cadena larga, iniciada por radicales, según



5 el procedimiento descrito en la DCS 1 963 014. A este objeto se pone en ebullición a reflujo durante varias horas, por ejemplo, un éster dialcohílico de un ácido alcan-fosfónico con un exceso de solución concentrada acuosa de un hidróxido de metal alcalino, a continuación se separa la fase orgánica y se somete a una purificación correspondiente.

En los siguientes ejemplos, los datos en tantos por ciento significan tantos por ciento en peso.

10

Ejemplo 1

15 Un haz de hilos de poli (tereftalato de etilenglicol), fabricado por el procedimiento de hilatura en fase fundida, con un contenido de dióxido de titanio de 0,4%, que consta de unos 300-400 capilares individuales no estirados, se preparan por debajo de la tobera de hilatura, inmediatamente después de la salida desde la cuba de hilatura, por medio de una galleta de preparación con una solución acuosa al 0,5 por ciento del producto 1, cuya preparación se describe posteriormente. La aplicación de preparación constituye aproximadamente 0,15%, calculado sobre el producto 1 libre de agua. Varias de estas pequeñas mechas de hilatura aisladas, aún húmedas, se reúnen en una mecha de hilado y se almacenan en botes. Las mechas de hilatura de un gran número de tales botes se

20

25



17 DEC 1973

de solución acuosa de hidróxido sódico al 33 por ciento se ponen en ebullición a reflujo durante tres horas. A continuación se concentra a sequedad por evaporación bajo presión reducida, primeramente a 80°C y finalmente a 100°C. Quedan 229 g de una sal soluble en agua, pulveru-
5 lenta, que no funde por debajo de 350°C.

Ejemplo 2

Sobre un haz de hilos de poli(tere-ftalato de etilenglicol), con 200-300 hilos individuales y un conte-
10 nido de 0,02% de óxido de titanio como agente de deslustra-
do, que había sido producido por el procedimiento de hila-
tura en fase fundida, se aplica inmediatamente después de
la salida de la cuba de hilatura, por medio de un rodillo
15 de preparación, una solución acuosa de la preparación,
que contiene por litro 4 g del producto 2, cuya prepara-
ción se describe más adelante. La aplicación es de apro-
ximadamente 0,12%, referido al producto 2 exento de agua.
Varias de estas pequeñas mechas aisladas, aún húmedas,
20 se reúnen en una mecha de hilatura y se almacenan en bo-
tes. Las mechas de hilatura de un gran número de tales
botes se reúnen en un cable de fibras y se transforman
posteriormente en la pista en forma de banda. Para ello
el cable atraviesa, con un tiempo de inmersión de 1 a 3
25 segundos, una cuba de preparación con una solución acuo

11.12.73.



sa al 0,3 por ciento en peso del producto 2, caliente a 50°C. A continuación el cable de fibras atraviesa un tramo en caliente, es estirado y fijado a 210°C hasta 220°C. Se obtienen hilos capilares con un título individual de 1,5 dtex. El cable de fibras se riza como de ordinario y se corta en flocos con una longitud de corte de 38 mm.

5

Debido a sus buenas propiedades antielectrostáticas y a sus favorables propiedades de fricción dinámica y estática, las fibras así preparadas se pueden transformar sin dificultades según el procedimiento de hilatura de algodón.

10

Preparación de metil-n-octadecan-fosfonato de potasio
(Producto 2)

15

362 g de n-octadecan-fosfonato de dimetilo (al 78 por ciento), 88 g de solución acuosa de hidróxido de potasio al 50 por ciento y 150 ml de metanol se calientan a reflujo, con agitación, durante la noche. La pasta formada se disuelve por adición de más metanol caliente. Después de enfriar con hielo cristalizan 229 g (76% del teórico) de un polvo blanco, de consistencia cerosa, que funde a 115-130°C.

20

Ejemplo 3

25

Con un modo de trabajo por lo demás igual al des



5 crito en el Ejemplo 2, se aplica sobre los hilos de polies-
ter después de la salida de la cuba de hilatura, como pre-
paración final, una solución acuosa que contiene por litro
4 g del producto 3a, cuya preparación se describe posterior-
mente. Varias de estas pequeñas mechas de hilatura, aún hú-
medas, se reúnen en una mecha de hilatura y se almacenan
en botes. El cable de fibras, consistente en un gran número
de tales mechas de hilatura, se conduce a través de una cu-
ba de preparación con una solución acuosa al 0,2 por ciento
10 del producto 3b, cuya preparación se describe posteriormen-
te, se exprime, se estira y a continuación se fija a 210 -
220°C. La aplicación total de agente de preparación repre-
senta 0,21%, referido a los productos 3a y b exentos de
agua. El cable de fibras se riza de forma usual y se cor-
15 ta en flocos con una longitud de corte de 38 mm.

Las fibras así obtenidas se pueden transformar
excelentemente por el procedimiento de hilatura de algodón
y tienen, a causa de su comportamiento antiestático, so-
bresalientes propiedades de resbalamiento.

20 Preparación de la sal de potasio de éster monoetílico de
ácido fosfórico a partir de una olefina C₁₁-C₁₃ con un do-
ble enlace en posición interna (Producto 3a)

25 204 g del éster dietílico de ácido fosfórico,
preparado a partir de la olefina interna, se agitan a re



17 31

flujo durante seis horas con 74 g de una solución acuosa de hidróxido de potasio al 50 por ciento, 100 ml de agua y 200 ml de etanol. A continuación se concentra por evaporación en un evaporador rotatorio, primeramente a 80°C y finalmente a 120°C hasta constancia de peso, obteniéndose 213 g de un aceite altamente viscoso, no cristalizable a temperatura ambiente.

Preparación de etil-n-hexadecan-fosfonato de sodio (Producto 3b)

100 g de n-hexadecan-fosfonato de dietilo y 200 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 33 por ciento se ponen en ebullición a reflujo durante seis horas con agitación vigorosa. A continuación se deja la mezcla en reposo durante una hora en un embudo de decantación calentado con vapor, separándose en dos fases líquidas. Se desecha la fase inferior (140 g). La fase superior (157 g), que a temperatura ambiente solidifica para formar una masa de color crema, se recristaliza en 400 ml de dioxano. Se obtienen 110 g de sal, que sinteriza a partir de 63°C y funde a 76-78°C.

Ejemplo 4

Un filamento de poliéster, obtenido por el procedimiento de hilatura en fase fundida, con un título total



de 180 dtex y 30 capilares individuales, se prepara inmediatamente después de la salida desde la cuba de hilatura con una solución acuosa del producto 4, cuya preparación se describe posteriormente, de forma que la aplicación re
5 presenta aproximadamente 0,5 a 0,6%. El filamento así obtenido, después de climatización y almacenamiento adecuados, se estira como de ordinario y a continuación se texturiza en una máquina de texturización según el procedimiento de texturización por falsa torsión, atravesándose
10 la cuba de texturización a una temperatura de 215-225°C. Por el tratamiento con el producto 4, el filamento posee un buen carácter antiestático. A causa de la muy escasa volatilidad resultan sólo pérdidas mínimas por evaporación durante el proceso de texturización. A causa de la
15 favorable fricción de deslizamiento entre fibra y metal y del buen efecto antiestático, el filamento así tratado se puede bobinar sin dificultades.

Preparación de isobutil-n-hexadecan-fosfonato de potasio
20 (Producto 4)

100 g de n-hexadecan-fosfonato de diisobutilo y 200 g de solución acuosa de hidróxido de potasio al 50 por ciento se ponen en ebullición a reflujo durante seis horas con agitación enérgica. A continuación la mezcla se
25 separa en un embudo de decantación calentado con vapor.



Se desecha la fase inferior (176 g), y la superior (121g), que solidifica a temperatura ambiente, se recristaliza en 300 ml de isobutanol. Se obtienen 82 g de sal en forma de polvo blanco, que funde a 95-100°C.

5

Ejemplo 5

10

15

Un haz de hilos de poliamida-6,6, obtenido por el procedimiento de hilatura en fase fundida, con un título total de 22 dtex, que consta de 7 hilos capilares individuales, se prepara inmediatamente después de la salida de la cuba de hilatura, por medio de una galeta con una emulsión acuosa, que junto a un aceite mineral exento de compuestos aromáticos, con baja volatilidad, y correspondientes componentes emulsionantes no ionógenos contiene como componente esencial, 40% del producto 2, referido al agente de preparación exento de agua.

20

La aplicación de la mezcla de agentes de preparación exenta de agua sobre el filamento representa 0,7-0,8%, referido al peso de fibra, lo que se puede lograr fácilmente por regulación adecuada de la concentración de la emulsión en el intervalo de 10-15% del agente de preparación y por la velocidad de giro de la galeta de preparación.

25

El haz de hilos de filamento continuo así preparado se bobina, se estira en forma usual y se texturiza



a 220°C por el procedimiento de texturización por falsa torsión con una velocidad de 120 m/min y una velocidad de giro del huso de 350.000 vueltas por minuto.

5 A causa de las favorables propiedades antielectrostáticas del filamento así preparado se obtiene una buena formación de bobinas y un correcto comportamiento de deslizamiento en el proceso de texturización.

10 Es decisivo para el comportamiento de deslizamiento y para la calidad del filamento texturizado el hecho de que el agente de preparación soporte sin deterioro la temperatura de texturización de 220°C.

15 La ventajosa estabilidad térmica de los compuestos de la fórmula I frente a los ésteres de ácido fosfórico, muchas veces utilizados como agentes antiestáticos en la preparación de fibras, la muestran los siguientes estudios comparativos:

20 Muestras de un tejido de telar de poliéster se lavaron para la eliminación de la preparación adherida, se secaron y a continuación se aprestaron a 30°C en una solución acuosa que contenía 10 g/l de metil-hexadecan-fosfonato de potasio (compuesto A según la invención) y, como comparación, paralelamente a ello, con una solución que contenía 10 g/l de un fosfato terciario de lauril-tetraglicoléter comercial (compuesto B, de comparación). El efecto de exprimido fue en ambos casos de 30% en peso y se dió en ca

25



da caso una aplicación de producto de 0,5%, referido al peso del tejido de telar de poliéster seco.

Las muestras de tejido de telar así aprestadas se calentaron durante 10 minutos a diferentes temperaturas y a continuación se acondicionaron durante 24 horas a 20°C y con 65% de humedad relativa del aire.

La conductividad específica de las muestras así tratadas se midió con el Textómetro de la firma Mahlo GmbH, Saal/Donau, y se dan en la tabla siguiente en unidades de escala. En ella, valores altos corresponden a un efecto antiestático alto:

Tabla

15	Temperatura de tratamiento, 10 minutos a °C	Efecto antiestático en unidades de escala del textómetro		Efecto antiestático después de tratamiento térmico en % del efecto de partida	
		A	B	A	B
20	20 (valor de partida)	76	59	100	100
	150	68	42	89	71
	175	66	41	87	69
	200	35	11	46	19
	230	25	2	32	3,5

25 La presente solicitud, que corresponde a la presen



tada en la República Federal Alemana, el 20 de Noviembre de 1972, bajo el número P 22 56 835.0, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- REIVINDICACIONES -

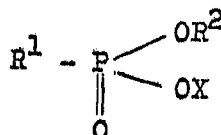
Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Procedimiento para la preparación de fibras sintéticas, caracterizado porque, durante su fabricación y/o tratamiento, se aplica, en forma de una solución, dispersión o emulsión, por ejemplo por inmersión, rocío o tratamiento en fular, de 0,05 a 2,0%, referido al peso de las fibras, de compuestos de la fórmula general

15

I

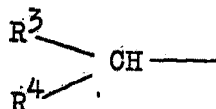


I



en la que R¹ significa un radical alcoholilo con 6 a 22 átomos de carbono, incluido también un radical alcoholilo ramificado de la fórmula II

5



10

en la que R³ y R⁴ son radicales alcoholilo con 7 a 21 átomos de carbono en conjunto, R² significa un radical alcoholilo con 1 a 4 átomos de carbono y X significa un ión de un metal monovalente, o amonio, o un equivalente de un ión metálico del segundo grupo principal del sistema periódico de los elementos.

15

2a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracterizado porque se emplean mezclas de compuestos de la fórmula I entre sí y/o con agentes de preparación conocidos.

3a.- Procedimiento para la preparación de fibras sintéticas.

20

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.



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

Madrid, 14 ENE. 1976

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder.