

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(11) ES

(12)
(13)

425466

(14) A1

PATENTE DE INVENCION

(15) PRIORIDADES (16) NUMERO P 23 20 007.9	(17) FECHA 19 de Abril de 1.973	(18) PAIS Alemania
(19) PAIS DE PROCEDENCIA	(20) CLASIFICACION INTERNACIONAL C09G	(21) PAIS DE LA MEMORIA INDUSTRIAL
(22) TITULO DE LA INVENCIÓN "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CUERPOS CONFORMADOS DE DIFICIL COMBUSTIBILIDAD"		
(23) REPRESENTANTE (S) BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana		
(24) DIRECCION DEL REPRESENTANTE Leverkusen-Bayerwerk, Republica Federal Alemana.		
(25) INVENTOR (S)		
(26) TITULAR (S)		
(27) REPRESENTANTE D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET		

PATENTE DE INVENCION

Ref. Le A 14 862-Sp.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CUERPOS CONFORMADOS DE DIFICIL COMBUSTIBILIDAD.

=====

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal-Alemana.

=====

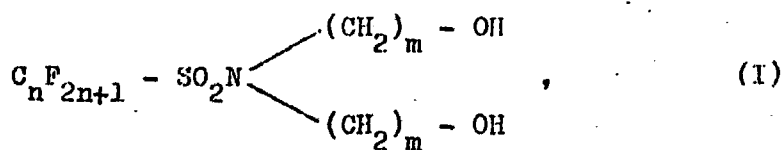
La invención se refiere a un procedimiento para producir cuerpos conformados de difícil combustibilidad, a base de poliésteres lineales de alto peso molecular, que como agente inhibidor de la inflamación contienen ciertos compuestos de sulfonamida perfluora-

dos. En especial se refiere a la producción de cuerpos tales como hilos y fibras de difícil inflamación.

Es sabido que la inflamabilidad y la combustibilidad de los cuerpos conformados, obtenidos de poliésteres lineales de alto peso molecular, especialmente de hilos y fibras, se puede reducir mezclando con los poliésteres ciertas sustancias inhibidoras de la inflamación. Para ello se han empleado hasta ahora, por ejemplo, trióxido de antimonio, compuestos de fósforo y compuestos orgánicos del cloro ó del bromo. Independientemente de que el efecto inhibidor de la inflamación en muchos casos resulta insuficiente al agregar estas sustancias, se ha demostrado que en la obtención de cuerpos estructurados, por ejemplo, hilos de poliéster, que como aditivos inhibidores de la inflamación contienen compuestos de cloro ó de bromo, se presenta una disociación de cloruro ó bromuro de hidrógeno, lo que naturalmente, por la iniciación de fenómenos de disociación, influencia en gran escala las propiedades de los hilos así obtenidos.

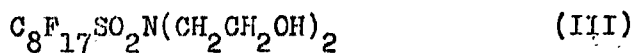
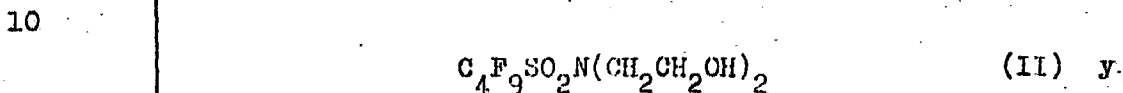
Se ha demostrado que no se tienen las dificultades indicadas si como agente inhibidor de la inflamación a los poliésteres se les agregan ciertas sulfonamidas alifáticas perfluoradas.

El objeto de la presente invención es, por lo tanto, la producción de cuerpos conformados de difícil combustibilidad de poliésteres lineales de alto peso molecular que, como agente inhibidor de la inflamación, contienen compuestos de fórmula general



5 en la que n representa un número de 1 a 10, y m representa -
un número de 2 a 10, en cantidades de un 0,1 a 30 % en peso,
preferentemente de un 0,1 a 5 % en peso.

Han demostrado ser especialmente adecuados los com-
puestos



15 Como cuerpos conformados entran aquí especialmente
en consideración los hilos y las fibras.

Los cuerpos conformados de difícil combustibilidad,
según la presente invención, se obtienen agregando a los po-
liésteres lineales de alto peso molecular un 0,1 a 30 % en -
20 peso de los compuestos de la fórmula general arriba menciona-
da y sometiendo los poliésteres entonces a una conformación.

Como poliésteres son adecuados, para la presente -
invención, todos los poliésteres lineales de alto peso mole-
cular que se pueden elaborar a cuerpos conformados, especial-
25 mente a hilos y fibras. Son estos, en primer lugar, los poli-
ésteres a base de ácido tereftálico y glicoles. Son adecua-
dos tanto los homopolímeros como también los copolímeros pu-
diéndose haber efectuado la variación tanto en la parte áci-
do como también en la parte glicol. Sean mencionados espe-
30 cialmente los poliésteres de ácido tereftálico y etilengli-

col, ácido tereftálico y ciclóhexan-1,4-dimetanol, ácido tereftálico y 1,4-butandiol, los poliésteres de ácido tereftálico y mezclas de los glicoles indicados y los poliésteres de ácido tereftálico y ácido isoftálico con los glicoles mencionados.

Las sulfonamidas alifáticas perfluoradas, empleadas como aditivo inhibidor de la inflamación, de fórmula general I, se describen en Ann. 1.973, cuaderno 1, págs. 11 - 19.

Se ha demostrado que al emplear estos compuestos perfluorados como agentes inhibidores de la inflamación en la elaboración de los poliésteres a cuerpos conformados, por ejemplo, en el proceso de hilado, no se presenta ninguna disociación del ácido fluorhídrico, razón por la que no se presenta ningún daño en las propiedades, por ejemplo, de las fibras.

El mezclado de los agentes inhibidores de la inflamación con los poliésteres se puede realizar en forma conocida según distintos métodos. Así es por ejemplo posible disolver las sulfonamidas perfluoradas (por ejemplo en dioxano a 40 a 50°C) y mezclar esta solución a una temperatura de 60°C en un evaporador rotativo con un granulado de poliéster y después retirar el dioxano en vacío. Se obtiene un granulado recubierto que después del secado usual se puede emplear para el hilado.

Los aditivos se pueden aplicar también sobre el granulado mediante tambor, ó mezclar el agente inhibidor de la inflamación y el granulado de poliéster en la proporción deseada y alimentar a una extrusionadora de dos árboles, fundirlos en ésta, con lo que se mezcla, y, después de extruir,

bien granular ó hilar directamente.

Los aditivos se pueden agregar en cantidades de un 0,1 a 30 % en peso, pero normalmente son suficientes aditivos en la zona entre un 0,1 y 5 % en peso. Se ha demostrado que ya con aditivos relativamente reducidos se puede lograr un efecto protector contra la inflamación bueno.

La conformación del granulado de poliéster mezclado con el agente inhibidor de la inflamación, según el método arriba descrito, se efectúa en forma conocida. Así, este granulado se puede hilar a filamentos, por ejemplo, en cualquier sistema de aparatos de hilado usual.

El ensayo de combustión, empleado en los ejemplos, para determinar el valor LOI se efectúa de la manera siguiente:

En un tubo quemador, a través del cual fluye la mezcla gaseosa de oxígeno y nitrógeno a una velocidad definida, se inflama una muestra, dispuesta perpendicularmente, desde arriba con una llama de gas.

A continuación se varía la proporción de mezcla entre nitrógeno y oxígeno hasta que una muestra arda en forma igualada con una llama mínima. El valor de combustión (LOI) - n - se calcula como sigue:

$$n = \frac{\text{litros } O_2}{\text{litros } O_2 + \text{litros } N_2} \cdot 100$$

Contra mayor sea el valor LOI (proporción de oxígeno) menor es la combustibilidad de un producto.

El valor LOI "n" indica, por lo tanto, la proporción de oxígeno en la mezcla de oxígeno/nitrógeno que se necesita para que una muestra sujeta perpendicularmente arda

justamente aún en forma igualada desde arriba hacia abajo.

Ejemplo 1.

5 kg. de granulado de poliéster (polietilenterefta
lato, viscosidad intrínseca 0,65 en fenoltetracloroetano =
= 60 : 40) se sintetizan con 50 g. de $C_4F_9SO_2N(CH_2CH_2OH)_2$ du
rante 2 horas a 85°C y el granulado, así obtenido, se hila a
continuación a una temperatura de 285°C a una velocidad de -
hilado de 1.100 m. (Título de hilado dtex 240/18). Después -
del estirado usual a través de una galeta calentable (85°C)
y un calentador de bloque (160°C) se obtiene, con una propor
ción de estirado de 1 : 3,6 (a 800 m. de velocidad de estira
do), un filamento de poliéster (título superior a dtex 66/18)
con los siguientes valores textiles:

Resistencia a la rotura: 42 Rkm

Alargamiento a la rotura: 28 %

Encogimiento por hervor: 6,5 %

Valor LOI: n = 32

Comparación (filamento correspondiente del granulado de
poliéster sin tratar: n = 28

Ejemplo 2.

Análogo al ejemplo 1 se sintetizó el granulado de
poliéster (viscosidad intrínseca 0,65) primeramente durante
30 minutos con una cera (0,1 %) (por ejemplo Cera -OP de la
Fa. Hoechst) a 70°C y después se trató durante 2 horas con -
un agente inhibidor de la inflamación, finamente molturado,
de $C_8F_{17}SO_2N(CH_2CH_2OH)_2$ (5 % en peso de aditivo). Después del
hilado usual y estirado como en el ejemplo 1 se obtiene una -
seda de poliéster con los siguientes valores textiles:

Resistencia a la rotura: 36 Rkm
 Alargamiento a la rotura: 30 %
 Encogimiento por hervor: 7 %
 Calor LOI: n = 34

5

Comparación (seda de poliéster correspondiente de un granulado de poliéster sin tratar): n = 28.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarse en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

10

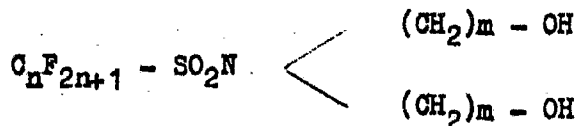
REIVINDICACIONES
 =====

1.- Procedimiento para la obtención de cuerpos conformados de difícil combustibilidad, a base de poliésteres lineales de alto peso molecular, caracterizado porque comprende las etapas:

15

(a) disolver una sulfonamida perfluorada, como agente inhibidor de la inflamación, de fórmula general:

20



en la que n representa un número de 1 a 10 y m representa un número de 2 a 10, en dioxano, a una temperatura de 40 a 50°C;

25

(b) combinar la solución resultante, a una temperatura de unos 60°C, en un evaporador rotativo, con un granulado de dicho poliéster; y

(c) retirar a continuación al dioxano en vacío.

30

2.- Procedimiento para la obtención de cuerpos conformados de difícil combustibilidad, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 8 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, - 3 MAYO 1976

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

L. GOMEZ ACEBO Y MUÑOZ
p. p. Firmado: L. Gomez Acebo y Muñoz

