



CORL, DOLF

PATENTE DE INTRODUCCION

ICI CASE F.17892C

428552

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE MEZCLAS DE  
POLIOLEFINA/POLIMERO INCOMPATIBLE FORMADORAS DE FIBRAS

*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad británica, residente en, Imperial Chemical House, Millbank, London, S.W.I., Inglaterra,

Este invento se refiere a un procedimiento para la elaboración de mezclas de poliolefinas en polímeros sintéticos incompatibles, y a los productos obtenidos por las mismas y, en particular, se refiere a la dispersión de poliolefinas en poliamidas y poliésteres y a las fibras y filamentos obtenidos

5

**POOR  
QUALITY**



nidos por la extrusión en fundido de dichas mezclas.

Por la patente Británica nº 956.926 se conoce la fabricación de mezclas, por ejemplo, de polietileno y poliesilón caprolactama para utilizarse como películas, láminas y recipientes amasando los componentes juntos a presión. No obstante, no se pueden hilar en fundido dichas mezclas en filamentos que puedan estirarse y orientarse para obtener filamentos de denier fino útiles para géneros textiles, por ejemplo para calcetería. Los intentos realizados para hilar dichas mezclas han dado lugar a un número excesivo de roturas de la línea del hilo tanto durante la hilatura como durante el estirado. Además, durante el estirado existe una notable tendencia por parte de los filamentos a fibrilarse debido a la incompatibilidad de los polímeros componentes.

Hemos descubierto que se pueden hilar en fundido mezclas de poliolefinas y polímeros incompatibles para obtener fibras textiles útiles para prendas, en el supuesto que las poliolefinas y el polímero incompatible se emulsionen y que el tamaño de partícula de la emulsión de poliolefina en una matriz del polímero incompatible o del polímero incompatible en la poliolefina, no exceda de 30 micras de diámetro por término medio.

Según un aspecto del presente invento, se proporciona, por lo tanto, una mezcla formadora de fibra de poliolefina/polímero incompatible consistente en una dispersión de una menor proporción de la olefina en una matriz del polímero incompatible que se caracteriza porque el tamaño de partícula de la emulsión por término medio del componente de poliolefina no es superior a 30 micras de diámetro.

Una mezcla formadora de fibra de poliolefina/polímero

incompatible es aquella que puede utilizarse para hilatura en fundido de filamentos estirables idóneos para usos finales textiles.

5

Por una cantidad menor se entiende menos del 50% en peso.

La mezcla contiene también preferiblemente una pequeña cantidad, no más de aproximadamente 1% en peso, de un agente dispersante para ayudar a obtener y estabilizar el tamaño de partícula correcto en emulsión.

10

El polímero incompatible preferiblemente una poliamida y cuando se utiliza un agente dispersante no deberá exceder 1'5% del peso de la poliamida, siendo propensa las cantidades mayores a producir egradación de la poliamida con una consiguiente reducción en la viscosidad del polímero.

15

Para los fines de esta memoria descriptiva, se entiende por polímero incompatible un polímero que cuando se mezcla con la poliolefina en estado fundido permanezca en partes separadas y no forme una mezcla homogénea.

20

Es preferible producir la mezcla conteniendo un agente dispersante fundiendo los polímeros componentes bajo una atmósfera inerte y agitándolos rápidamente en presencia de una pequeña cantidad de agente dispersante, que no deberá ser sensiblemente volátil en las condiciones de mezcla y ulterior hilatura en fundido.

25

El presente invento, comprende por lo tanto, un procedimiento para la fabricación de mezclas formadoras de fibras de poliolefina/polímero incompatible que contienen una pequeña proporción de la poliolefina junto con un agente dispersante, que se caracteriza porque los polímeros componentes fundidos se agitan rápidamente bajo una atmósfera inerte en presencia

30



de una pequeña cantidad de agente dispersante que no es sensiblemente volátil en las condiciones de mezcla o de hilatura en fundido.

5 Los polímeros deberán tener preferiblemente viscosidades similares en fundido. Las diferencias grandes en las viscosidades en fundido de los polímeros causa un efecto de "lluvia", v.g., un denier de filamentos violentamente fluctuante en hilatura.

10 Como poliolefinas idóneas para emplearse con el presente invento, se citan el polipropileno, isotáctico, polietileno de baja densidad, (densidad relativa aproximadamente 0'92) elaborados por polimerización a alta presión de etileno, y polietileno cristalino de gran densidad (densidad relativa aproximadamente 0'96) elaborado mediante polimerización de etileno a baja presión.

15 Los polímeros incompatibles comprende cualquier polímero que se pueda hilar en fundido, relativamente hidrófilo, de los que se pueden citar como ejemplos la poliamida, incluyendo polihexametilenadipamida, polihexilóncaprolactama, ácido poliaminoundecanoico y sus copolímeros, poliésteres incluyendo polietilentereftalato y copoliésteres, policarbonatos, poliuretanos y poliureas.

20 Los agentes dispersantes apropiados comprenden ácidos grasos de cadena larga, por ejemplo ácido estearico, ácido oléico, ácido palmítico y ácido behémico y sus sales, amidas y ésteres y aminas grasas de cadena larga.

25 En general, se pueden emplear con el procedimiento de este invento cualquier agente dispersante que contenga grupos hidrófobos e hidrófilos y que tenga un punto de ebullición de aproximadamente 235° C.

30

Para las finalidades del presente invento, el término "grupo hidrófobo" comprende una cadena de carbonos que contengan por lo menos 14 átomos de carbono y el término "grupos hidrófilos" comprende grupos carboxi, amina, amida, éster o sal.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento y el procedimiento para ponerlo en práctica, pero no limitan su alcance.

EJEMPLO 1

Se mezclaron 75 partes en peso (71 partes en volumen) de granulado de polihexametilenadipamida, que tenía una viscosidad relativa de 36, y 25 partes en peso (29 partes en volumen) de granulado de polietileno de baja densidad con un índice de fluencia en fundido de 20, y una parte en peso de ácido esteárico, como sigue:

Los polímeros componentes y el agente dispersante se tamborean juntos en un recipiente de vidrio y se trasladaron entonces a un tubo de vidrio que contenía un agitador helicoidal de acero inoxidable. El tubo de mezcla se rarificó y se volvió a llenar con nitrógeno para eliminar todo el oxígeno y en toda la mezcla y enfriamiento ulterior se mantuvo un flujo uniforme de nitrógeno sobre la superficie de la mezcla. El tubo se sumergió en un baño de aceite a una temperatura de 280-285° C, v.g., 15° - 20° por encima del punto de fusión del componente de punto de fusión más elevado, y se comenzó a agitar rápidamente tan pronto como los polímeros se fundieron, lo que se continuó por espacio de 30 minutos. Al final del tiempo de mezcla el tubo se sacó del baño de aceite y se dejó enfriar. La mezcla de polímero sólido se quitó y se trituró.



5 El diámetro de partícula por término medio de la emulsión, v.g., de polietileno en nylon, se obtuvo observando las secciones transversales de los gránulos bajo un microscopio que contenía un ocular con retícula y tomando el promedio de diámetro de las partículas en la zona de círculo que contenía la escala de retícula vista a través del microscopio. En este caso, el diámetro por término medio de partícula era de 12'8 micras.

10 La mezcla de polímero se hiló en fundido en 6 filamentos a 275° C empleando una máquina de hilar de laboratorio. Los filamentos se estiraron después a una relación de estiraje de 4'75 sobre una planca caliente a 100° C para obtener un hilado que poseía las propiedades físicas indicadas a continuación:

- 15 Denier: 26'6, v.g., aproximadamente 4d.p.f.
- Tenacidad: 3'2 gm. por denier.
- Alargamiento al punto de rotura: 12'25%
- Coefficiente inicial: 22'2 g/d 100% alargamiento.

Los filamentos no mostraron tendencia alguna a la fibrilación durante el estiramiento o después de esta operación.

20 La viscosidad relativa de una poliamida se determina midiendo la viscosidad de una solución al 8'4% peso/peso de la poliamida en ácido fórmico y comparándolo con la viscosidad del ácido fórmico en condiciones normales. El índice de fluencia en fundido del polietileno se determina de acuerdo con B.S.S. Nº 2782, método 105 C.

25 La poli-hesametildipamida de viscosidad relativa 36 y el polietileno con un índice en fundido de 20 dan viscosidades similares en fundido, aproximadamente 800 poises a 275° C.

30 En los ejemplos que siguen 2 - 7 se mezclaron los com-

ponentes polímeros del ejemplo 1 entre sí en las mismas proporciones en peso, utilizando agentes dispersantes diferentes y hilándolos y estirándolos ulteriormente por los métodos descritos en el ejemplo 1. Los detalles de estos experimentos se indican en la tabla que sigue.

5

Ejemplo	Agente dispersante	Promedio diámetro de partícula micras	Relación de estiraje	Propiedades físicas del hilado				
				Denier	Tengcida G/d	Alargamiento al punto de rotura%	Coeficiente inicial g/d/100 % alargamiento	
10	2	"Armid 0"*	8'1	5'75	21'1	5'5	13'0	24'1
	3	Estearato sódico	16'0	5'0	20'5	4'1	17'0	23'7
	4	Estearamida	21'8	5'5	20'0	5'6	15'2	24'2
	5	Oleato Sódico	13'9	4'5	17'0	3'0	13'7	20'6
	6	Acido behénico	14'6	4'0	30'3	2'4	25'3	16'6
15	7	Ninguno	32'5		No se podía hilar en filamentos estirables.			

\* Armid "0" es la marca registrada de Armour Hess Chemical Ltd y consiste en una mezcla de amidas de ácidos grasos de cadena larga que comprenden principalmente OLEAMIDAS.

#### EJEMPLO 8

20

Se mezclaron 75 partes en peso (71 partes en volumen) de gránulos de poliesilencaprolactama que tenían una viscosidad relativa de 32'25 partes en peso (29 partes en volumen) de gránulos de polietileno de baja densidad que tenían un índice de fluencia en fundido de 20 y una parte en peso de "Armid 0", como se ha descrito en el ejemplo 1, a una temperatura de 250° C, para obtener una emulsión de polietileno en policaprolactama con un diámetro de partícula por término medio de 13'2 micras.

25

30

La mezcla se hiló en un hilado de 6 filamentos a 245° C que después se estiró a una relación de estiraje de 4'75 sobre una plancha caliente a 180° C para obtener un hi-



lado estirado que tenía las propiedades siguientes:

	Deniers	26'9
	Alargamiento al punto de rotura	16'0%
	Tenacidad	3'8 g/d
5	Coefficiente inicial	20'9 g/d/100% alargamiento

EJEMPLO 9

Se mezclaron 75 partes en peso (71 partes de volumen) de gránulos de ácido poliaminoundecanoico que tenía una viscosidad inherente de 0'63 y 25 partes en peso (29 partes en volumen) de gránulos de polietileno de baja densidad que tenían un índice de fluencia en fundido de 20, como en el ejemplo 1, a una temperatura de 210° C, para obtener una emulsión de polietileno en ácido poliaminoundecanoico con un diámetro o partícula por término medio de 9'6 micras. La mezcla se hiló en un hilado de 6 filamentos a 280° C y después se estiró a una relación de estiraje de 4'75 sobre una plancha caliente a 100° C, para obtener un hilado estirado que poseía las propiedades físicas siguientes:

	Denier	27'5
20	Alargamiento al punto de rotura	19%
	Tenacidad	4'0 g/d
	Coefficiente inicial	25'8 g/d/100% de alargamiento

EJEMPLO 10

Se mezclaron 80 partes en peso (77'5 partes en volumen) de poliesilonoaprolactama que tenía una viscosidad relativa de 65'5, 20 partes en peso (22'5 partes en volumen) de polietileno de gran densidad y una parte en peso de "Armid 0" como en el ejemplo 1 a una temperatura de 280-285° C para obtener una emulsión de polietileno en poliesilonoaprolactama que tenía un diámetro de partícula por término medio



de 4'8 micras. La mezcla se hiló en 6 filamentos a una temperatura de 240° C y después se estiró a una relación de estiraje de 4'0 sobre una plancha caliente a 160° C para obtener un hilo estirado que tenía las propiedades físicas siguientes:

Denier 25'7  
Extensibilidad 23'4%  
Tenacidad 3'4 g/d  
Coeficiente inicial 15'9 g/d/100% alargamiento.

N O T A

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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE MEZCLAS DE POLIOLEFINA/POLIMERO INCOMPATIBLE, FORMADORAS DE FIBRAS; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la elaboración de mezclas de poliolefina/polímero incompatible, formadoras de fibras, que contienen una menor proporción de la poliolefina junto con un agente dispersante, caracterizado porque la poliolefina y el polímero incompatible fundidos se agitan rápidamente mezclándose bajo atmósfera inerte en presencia de una pequeña cantidad de agente dispersante que prácticamente no es volátil en las condiciones de mezcla o de hilatura en fundido.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende una dispersión de una proporción



menor de la poliolefina en una matriz del polímero incompatible donde el tamaño de partícula por término medio de la emulsión del componente de poliolefina no es superior a 30 micras de diámetro.

5                   3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizada porque el tamaño de partícula por término medio de la emulsión del componente menor es inferior a 25 micras de diámetro.

10                   4.- Procedimiento según las reivindicaciones 2 ó 3, caracterizada porque una pequeña cantidad de un agente dispersante que contiene grupos hidrófobos e hidrófilos y que tiene un punto de ebullición no inferior a 235° C se incluye en la mezcla.

15                   5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizada porque el agente dispersante es un ácido graso de cadena larga que es ácido estearico, ácido oleico, ácido palmítico o ácido behénico.

20                   6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizada porque el agente dispersante es una sal, amida o éster de uno de los ácidos grasos según la reivindicación 5.

7.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizada porque el agente dispersante es una amina grasa de cadena larga.

25                   8.- Procedimiento según las reivindicaciones 2 ó 3, caracterizada porque el polímero incompatible es una poliamida.

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizada porque la poliamida es polihexametilenadipamida.

30                   10.- Procedimiento según la reivindicación, 8 caracterizada porque la poliamida es ácido poliaminoundecanoí-



1975

co.

11.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizada porque la poliamida es poliepsilon-caprolactama.

5 12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, caracterizada porque no más del 1'5% en peso de un agente dispersante, basado en el peso de poliamida, se incluye en la mezcla y contiene grupos hidrófobos e hidrófilos y tiene un punto de ebullición no inferior a 235° C.

10 13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizada porque el agente dispersante es un ácido graso de cadena larga que es ácido estearico, ácido oleico, ácido palmítico o ácido behénico.

15 14.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizada porque el agente dispersante es una sal, amida o ester de uno de los ácidos grasos según la reivindicación 12.

15 15.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizada porque el agente dispersante es una amina grasa de cadena larga.

20 16.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 15, caracterizada porque la poliolefina es polietileno de elevada o baja densidad.

17.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 16, caracterizada porque la poliolefina es polipropileno isotáctico.

25 18.- Procedimiento para la elaboración de mezclas de poliolefina/polímero incompatible, formadoras de fibras, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

30 Esta Memoria consta de 11 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

- 9 ABR. 1975

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

1, CARRER DE SANT JORDI Y ISIDRE  
P.O. BOX 1100, 08002 BARCELONA