



428583

D013

PATENTE DE INTRODUCCION

=====  
Ref: ICI CASE F.23872 Z.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

Procedimiento para la fabricación de filamentos a partir de poliésteres lineales de alto peso molecular.

=====

*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad británica, residente en Imperial Chemical House, Millbank, London, S.W.1., Inglaterra.

=====

El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de filamentos de gran resistencia a partir de poliésteres lineales de elevado peso molecular por medio del proceso de hilatura-estiramiento. Los filamentos fabricados por el pro

5



cedimiento presente tienen valores bajos de alargamiento y contracción.

5 Con frecuencia se ha descrito la fabricación de filamentos de poliéster de gran resistencia que tienen un bajo alargamiento. Prácticamente cualquier proceso de estiramiento que permita la fabricación de filamentos de poliéster de gran resistencia de filamentos que tienen un bajo alargamiento, pero cuyos filamentos tienen en general una gran tendencia hacia la contracción al calentarse.

10 Los filamentos de este tipo se puede producir, por ejemplo, desbobinando los filamentos desde bobinas en las que se han bobinado después del proceso de hilatura y estirando después los filamentos con aplicación de calor. Este proceso de estiramiento puede llevarse a cabo en una o varias etapas y el calor se puede aplicar por medio de espigas, placas, 15 rodillos, líquidos o gases calentados.

También se han descrito procedimientos por los cuales el filamento se hace pasar directamente desde la hilera hasta dispositivos extractores y desde estos hasta el ulterior proceso de estiramiento. En estos procesos de hilatura-estiramiento, las velocidades de la línea de hilo son en la mayoría de los casos varias veces mayores que en los procesos mencionados anteriormente puesto que, por razones de economía, la velocidad de extracción no debe ser demasiado 20 lenta. Así mismo en estos procesos el estiramiento se lleva a cabo sobre transportadores calientes, normalmente en forma de rodillos conducidos calentados (poleas-guías). Los filamentos obtenidos por este método son idóneos para cordelería en virtud de su baja extensibilidad; no obstante, al aplicar 25 se temperaturas elevadas se contraen y, por lo tanto, son in-

30



propriados para muchos otros usos industriales.

También se ha descrito un procedimiento para la fabricación de filamentos de polietilentereftalatos que se utilizan como cordones para neumáticos. Según este procedimiento, el filamento hilado en fundido, sin almacenamiento intermedio sobre rodillos calentados, se estira en dos etapas, manteniéndose la temperatura de los rodillos estiradores de la segunda etapa dentro de la gama de 180 a 225°C. Los filamentos de este tipo poseen valores de alargamiento al punto de rotura que permiten su uso como cordones en la fabricación de neumáticos; no obstante, su tendencia hacia la contracción es demasiado elevada para esta finalidad. Por lo tanto, ha sido necesario fijar al calor los filamentos so metiéndolos después a un tratamiento térmico de una o múltiples etapas a una temperatura no superior a 220°C.

La fabricación de filamentos de poliéster con un bajo grado de contracción también se ha propuesto. El método más simple y antiguo propuesto con anterioridad a este in vento consiste en dejar que los filamentos tengan un alto grado de contracción para que se contraigan de una forma con tínua o discontinua en estado flojo a la temperatura a la que ulteriormente se tienen que someter o a una temperatura superior. No obstante, este tratamiento siempre lleva consigo un elevado aumento del alargamiento al punto de rotura y la reducción de la tenacidad específica (mediéndose la te nacidad específica con relación a la masa lineica, en lugar de la tenacidad que se mide con relación al filamento). Cuan do los filamentos que han experimentado una contracción de esta manera, o los artículos fabricados con los mismos, se estiran a la temperatura del ambiente y se relajan después,

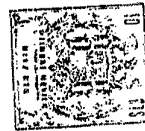


5 se establece un alargamiento permanente. Por lo tanto, es im-  
posible fabricar con los filamentos así obtenidos, que tienen  
un bajo grado de contracción, un artículo para uso industrial  
cuyas dimensiones no tengan que variar durante el uso, por  
ejemplo una eslinga, correa trapezoidal o cinta transporta-  
dora.

10 Para resolver el inconveniente aumento elevado de  
alargamiento cuando los filamentos experimentan contracción,  
se recurre a métodos de termofijación especial; por ejemplo,  
un filamento con un alto grado de contracción se somete a un  
postratamiento de etapas múltiples a temperaturas elevadas,  
con alargamientos y contracciones consecutivos y repetidos.  
15 Cuando se trata de polietilentereftalato, las temperaturas  
máximas aplicadas son de 232°C; las velocidades de la línea  
de hilo son entre 137 y 594 m/minuto, mientras que el tiempo  
de contacto, durante el cual el filamento se somete a la tem-  
peratura de fijación al calor y experimenta contracción, es  
de dos segundos.

20 En otro proceso de elaboración, la termofijación  
del filamento que tiene un alto grado de contracción se lle-  
va a cabo en un lecho fluidizado formado por pequeñas parti-  
culas sólidas mientras se trabaja en relajación a temperatu-  
ras del orden de 251 a 264°C, empleando un tiempo de termofi-  
jación de 1 a 12 segundos y una velocidad de la línea de hi-  
25 lo de 550 m/minuto.

30 Se ha propuesto además un procedimiento para la fa-  
bricación de filamentos de poliéster de gran resistencia que  
tienen un bajo grado de contracción y un alargamiento al pun-  
to de rotura que oscila entre el 12 y el 20 %. En este pro-  
cedimiento un filamento hilado se estira sobre rodillos ca-



lientes y experimenta contracción sobre rodillos calientes. La temperatura superficial de los rodillos estiradores es del orden de 150 a 230°C mientras que las velocidades de la línea de hilo máxima no exceden de 150 m/minuto.

5                   En otro método propuesto con anterioridad a este invento, los filamentos se devanan sobre una bobina después de haberse sometido a un proceso de estiramiento en etapas múltiples bajo una tensión de 3 p/tex. Los filamentos obtenidos de esta manera tienen un cierto número de excelentes  
10 propiedades textiles. No obstante los valores de contracción son insatisfactoriamente elevados para muchas finalidades y los filamentos se deben someter, por lo tanto, a un proceso de termofijación en una etapa separada según otros procesos conocidos, por ejemplo en un lecho fluidizado. Por lo tanto,  
15 para fabricar filamentos de poliéster de elevada resistencia con una baja contracción al calor y un bajo alargamiento al punto de rotura, se deben realizar las etapas siguientes: hilatura, estiramiento y termofijación (contracción).

20                   Los procedimientos conocidos para la fabricación de filamentos de poliésteres lineales de elevado peso molecular que tienen bajos valores de alargamiento y contracción tienen el inconveniente de que el proceso de elaboración debe interrumpirse en uno o dos lugares entre estas tres etapas de fabricación. Las velocidades de la línea de hilo de  
25 un máximo de 600 m/minuto son relativamente bajas en los procesos de termofijación conocidos y cuando el proceso de estiramiento se combina con el proceso de termofijación, según se ha descrito anteriormente, se obtienen velocidades aún más lentas. Cuando se trabaja según los procesos descritos anteriormente no se pueden combinar las operaciones de hilatura,  
30 estiramiento y termofijación de una manera continua para ob-



tener, por un lado, una elevada velocidad de producción y, por otro lado filamentos de gran resistencia que tengan valores bajos de contracción y alargamiento al punto de rotura.

5 El presente invento proporciona un procedimiento para la fabricación de filamentos de gran resistencia a partir de poliéster de elevado peso molecular, cuyo procedimiento comprende estirar el filamento, hacerlo pasar durante un tiempo de contacto total de 0,02 a 0,5 segundos sobre o alrededor de uno o más rodillos que tienen una temperatura superficial de 230 a 280°C, dejando después que los filamentos se relajen bajo una tensión de 0,2 a 10 p/tex, calculado sobre el título o masa lineal final de los filamentos.

10 Se pudo observar que los filamentos obtenidos exhiben una baja contracción al calor y un bajo alargamiento al punto de rotura a pesar de los tiempos de contracción extraordinariamente cortos. El proceso del invento puede llevarse a cabo a velocidades de devanado que son de dos a 6 veces mayores que las propuestas con anterioridad a este invento para la fabricación de filamentos de este tipo.

15 Los poliésteres lineales empleados en el procedimiento del invento comprenden residuos de ácido dicarboxílico y residuos de glicol. Como residuos de ácido dicarboxílico se pueden emplear, por ejemplo, residuos de ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido 4,4'-difenildicarboxílico, ácido 2,5-dimetiltereftálico, ácido 5-sulfoisoftálico, di-(p-carboxi-fenoxi)-etano, ácido naftaleno-1,3-dicarboxílico, ácido naftaleno-1,4-dicarboxílico, ácido naftaleno-1,5-dicarboxílico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido hexahidrotereftálico, ácido ciclobutanodicarboxílico, ácido adípico, ácido subérico, ácido sebácico, ácido decanodicarboxílico, y ácido



5 sulfonil-4,4-dibenzoico o mezclas de los mismos. Al preparar los poliésteres, se pueden emplear los ácidos libres o sus derivados formadores de ésteres. Como el componente diol, se puede emplear, por ejemplo, dioles alifáticos, por ejemplo, etilenglicol-1,2-propanodiol, 1,4-butanodiol y 2,2-dimetil-1,3-propanodiol; dioles cicloalifáticos, por ejemplo 1,2-ciclobutanodiol, 1,3-ciclobutanodiol y 1,4-dimetilol-ciclohexano; dioles aromáticos alifáticos por ejemplo 1,3-xililenglicol, 1,4-xililenglicol, di-(4,4'-hidroxifenil)-dimetilmetano, 1,3-di-hidroxietoxibenzeno y 1,4-dihidroxietoxibenzeno; y mezclas de los mismos.

10 El procedimiento es particularmente idóneo para la fabricación de filamentos de polietilentereftalato. Un componente secundario, por ejemplo ácido trimelítico, ácido trimérico, ácido piromelítico y ácido 5-hidroxiisoftálico, pentaeritritol, trimetilol-1,1,1-etano, trimetilol-1,1,1-propano, 1,1,4,4-tetrametilolciclohexano, 2,2,6,6-tetrametilol-1-ciclohexanol y un derivado formador de poliéster de cualquiera de estos, se puede incluir durante la preparación de los poliésteres en una cantidad que no exceda del 1 % en peso calculado sobre el poliéster. Otros aditivos se pueden incorporar en el poliéster, por ejemplo agentes o pacificantes y absorbentes de rayos ultravioletas.

25 Los poliésteres se pueden obtener por métodos tradicionales y se hilan por un proceso de hilatura de un fundido empleando las instalaciones clásicas. La hilatura, estiramiento, termofijación y devanado pueden llevarse a cabo de un modo continuo en una sola operación.

30 El invento se describe a continuación, a título de ejemplo solamente, tomando como referencia el dibujo adjunto



que ilustra en forma esquemática un dispositivo para llevar a cabo el procedimiento de este invento.

5 El fundido de poliéster se extruye a través de una hilera S. El filamento se enfría de una manera normal, dando lo apresto al hacerlo pasar alrededor de un rodillo de apresto P y pasando después varias veces alrededor de un primer par de rodillos 1 que tienen una temperatura superficial de 80 a 120°C. Mediante este par de rodillos se determina primero la velocidad de extracción que puede ser de 200 a 800 metros por minuto, y en segundo lugar el filamento se calienta a la temperatura de estiramiento. El filamento pasa entonces a un segundo par de rodillos 2 que tiene una temperatura superficial de 120 a 220°C, cuya velocidad circunferencial es de 3,5 a 5,5 veces mayor que la del primer par de rodillos 1. El estiramiento comienza en las últimas vueltas alrededor del primer par de rodillos y termina virtualmente antes de que el filamento pase alrededor del segundo par de rodillos 2. Después de pasar alrededor del segundo par de rodillos 2 una o varias veces, el filamento se tiende sobre un tercer par de rodillos 3 que tiene una temperatura superficial de 230 a 280°C, cuya velocidad circunferencial es de 4,5 a 7 veces mayor que la del primer par de rodillos 1. Aunque los filamentos de polietilentereftalato funde a temperaturas superiores a 260°C, se pueden emplear temperaturas superficiales de 260°C y mayores en el procedimiento del invento puesto que parece ser que, debido al corto tiempo de contacto entre los filamentos y los rodillos, los primeros no alcanzan la temperatura de los últimos. Después de tener lugar el estiramiento entre el segundo y el tercer pares de rodillos 2 y 3, o sea antes de ser alimentado al tercer par de rodillos 3, el fila-

10

15

20

25

30



mento ya habrá alcanzado virtualmente la velocidad circunferencial del tercer par de rodillos 3.

5 El filamento pasa una o varias veces alrededor del tercer par de rodillos 3 para conseguir un tiempo total de contacto con la superficie del rodillo de 0,02 a 0,5 segundos. El filamento pasa entonces bajo una tensión de 0,2 a 10 p/tex, calculado sobre el título final del filamento hasta un par de rodillos sin calentar 4 y después al devanado normal. Las velocidades de devanado pueden ser del orden de 10 1200 a 3500 m/por minuto dependiendo de la velocidad de extracción y la velocidad de estiramiento.

15 Se pueden efectuar diversas modificaciones del proceso de elaboración descrito; por ejemplo, en lugar de pasar el filamento una vez alrededor del segundo par de rodillos 2, puede pasar de 1/4 a 1/2 vuelta alrededor de un solo rodillo rotatorio que tenga una temperatura superficial de 120 a 220 °C. Como variante, el filamento puede pasar sobre una plancha a la misma temperatura. Otra alternativa consiste en hacer pasar el filamento directamente desde el primer par de 20 rodillos 1 hasta el tercer par de rodillos 3, en cuyo caso el filamento se debe calentar, antes de alcanzar el tercer par de rodillos 3, por medio de chorros de vapor de agua sobrecalentado que tiene una temperatura de 175 a 450 °C.

25 En otra modificación de este proceso de elaboración, el par de rodillos sin calentar se puede omitir y hacerse pasar el filamento directamente desde el tercer par de rodillos 3 hasta una devanadora normal bajo una tensión de 0,2 a 5 p/tex, en este caso, es conveniente tener la seguridad de que el filamento se enfríe previamente sometiéndolo, por ejemplo, 30 a chorros de aire o pulverizando un compuesto de apresto.



En el procedimiento y las modificaciones descritos anteriormente, es esencial que los filamentos se pongan en contacto con el tercer par de rodillos 3, que tiene una temperatura superficial de 230 a 280°C, durante un periodo comprendido entre 0,02 y 0,05 segundos. Si la temperatura del tercer par de rodillos 3 era inferior a 230°C, sería necesario, para obtener todavía filamentos con las propiedades deseadas, dejar que las tensiones de relajación llegaran a ser tan bajas que el proceso dejaría de ser fiable en la práctica. Los filamentos pasan entonces alrededor de los rodillos uno encima del otro de una manera desigual con las consiguientes roturas de filamentos. Si la temperatura de estos rodillos se excediera de 280°C, los filamentos de poliéster se reblandecerían probablemente aun cuando se emplearan velocidades de la línea de hilos según el invento.

Con las velocidades de línea de hilo empleadas, el límite inferior del tiempo de contacto, o sea 0,02 segundos, da por resultado el que el filamento pase una vez alrededor del tercer par de rodillos 3. Si los tiempos de contacto excedieran de 0,5 segundos, los filamentos resultantes dejarían de tener las propiedades deseadas; en particular ya no se podrían alcanzar las tenacidades deseadas con las elevadas temperaturas del tercer par de rodillos 3. El tiempo de contacto empleado depende principalmente de la temperatura de la superficie de rodillo, del estado de la superficie del rodillo, del título o masa lineica del filamento que se ha de producir y de la calidad superficial del filamento. De este modo, se puede emplear el límite inferior de tiempo de contacto cuando se utilizan temperaturas superficiales elevadas y bajos títulos o masas lineicas de filamentos, y también en



procesos donde, debido al estado de la superficie del rodillo y de los filamentos, se produzca una fricción elevada entre el filamento y el rodillo que se pueda evitar el deslizamiento de los rodillos haciéndolos pasar una vez alrededor del rodillo. Cuando se trabaja con grandes masas lineicas de los filamentos, filamentos y/o rodillos suaves o tersos y, en particular, cuando existe específicamente una gran diferencia en la tensión del filamento antes y después de pasar alrededor del tercer par de rodillos 3, es necesario recurrir a tiempo de contactos más próximos al límite superior de 0,5 segundos.

Después de pasar alrededor del par calentado de rodillos 3, los filamentos pasan bajo una tensión de 0,2 a 10 p/tex (calculado sobre el título o masa lineica final de los filamentos) hasta el par de rodillos sin calentar 4, después de lo cual se someten a un devanado normal. La tensión de los filamentos entre el par de rodillos de termofijación 3 y el par de rodillos desarrolladores 4, o la bobina devanadora si no se emplean rodillos sin calentar, depende en primer lugar de la termofijación deseada o contracción residual que han de tener los filamentos y, en segundo lugar, de la temperatura superficial de los rodillos de termofijación. El límite inferior de la tensión de los filamentos resulta de dificultades técnicas que surgen cuando los filamentos a una elevada velocidad de línea de hilo pasan demasiado flojos alrededor de los rodillos, puesto que, en dicho caso, la formación de acumulaciones sobre los rodillos perturba el proceso de elaboración. No obstante, si se aumentan las tensiones de relajación a un valor superior a 10 p/tex, calculado sobre el título o masa lineica final de los filamentos los fi-



lamentos dejan de tener un grado suficientemente bajo de con  
tracción. El procedimiento podrá ponerse en práctica tam-  
bién empleando tensiones próximas al límite superior cuando,  
por ejemplo, solamente se desea conseguir una termofijación  
5 parcial de los filamentos. Esto ocurre, por ejemplo, cuando  
los filamentos o los torzales o telas fabricados a partir  
de los mismos, reciben un ulterior acabado de una manera co-  
nocida con latex de caucho, un precondensado de resorcinol-  
-formaldehído y un isocianato bloqueado, para aumentar su ad-  
herencia al caucho. Para curar esta película de adhesivo,  
10 los torzales o las telas se someten de nuevo a temperaturas  
elevadas y se puede producir una posfijación del poliéster.  
En dichos procesos de elaboración, los torzales o las telas  
se someten frecuentemente a tales tensiones que evitan un au-  
mento indeseable del alargamiento al punto de rotura. Si los  
15 filamentos que no se han fijado se tuvieran que utilizar la  
contracción residual de las telas o torzales acabados sería  
demasiado elevada y daría lugar a dificultades en los proce-  
sos de vulcanización ulteriores. Por otro lado la tensión  
se puede ajustar, independientemente de la contracción de los  
20 filamentos acabados, ajustando la temperatura superficial de  
los rodillos de termofijación. Esto se describe con más de-  
talle en los ejemplos.

No cabría esperar que se pudieran conseguir, con  
25 los tiempos de contacto cortos, filamentos que tuvieran los  
mismos valores de termofijación que los elaborados por méto-  
dos anteriores a este invento en los que se empleaban tiem-  
pos de contacto relativamente largos. Según se sabe (vease  
Ludewing, "Über die Schrumpfverhältnisse von Polyesterfasen  
und-seiden", "Faserforschung und Textiltechnik 11 (1960) pági  
30



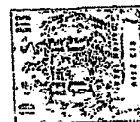
nas 15 a 21). Una estabilización al calor definida (fijación) solamente tiene lugar después de un tratamiento prolongado a una temperatura elevada. Por lo tanto, se recurre a períodos de termofijación comprendidos entre 30 y 60 minutos (incluyendo el tiempo necesario para el calentamiento) en procesos de fijación discontinuos. Aun en procesos de fijación continuos como se describen, por ejemplo, en la patente N<sup>o</sup> 1.142, 636, se emplean periodos de fijación de 1 a 12 segundos, especialmente en lechos fluidos donde la transmisión de calor es especialmente buena y se aplican temperaturas muy elevadas.

En el proceso de elaboración del invento se obtienen, dependiendo de la temperatura de termofijación y la tensión aplicada y dependiendo de la relación de estiraje precedente y la viscosidad específica del polímero, filamentos que tienen una curva de esfuerzos y deformaciones con un gradiente relativamente pronunciado, con valores de contracción relativamente bajos. Mediante una elección de una combinación apropiada de temperatura de termofijación y tensión, se pueden obtener filamentos con propiedades óptimas de alargamiento y contracción.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento:

EJEMPLO 1

Polietilentereftalato, con una viscosidad específica de 1,060 (medida a 20°C en una solución al 1 % en peso en fenol/tetracloroetano, 3:2 en peso) se fundió en una extrudadora y se hiló a un régimen de 220 gramos por minuto empleando una placa de hilera de 200 orificios. Después de enfriarse en una caja de hilatura se dió apresto al haz capilar. El filamento se tendió entonces en un par de rodillos estirado-



res 1 que tenían una velocidad circunferencial de 350 m por minuto y una temperatura superficial de 90°C, pasando los filamentos alrededor de estos rodillos 8 veces. Desde estos rodillos, el filamento se tendió en un segundo par de rodillos 2 que tenía una temperatura superficial de 150°C y una velocidad circunferencial de 1570 m por minuto; el filamento pasó 8 veces alrededor de estos rodillos, siendo la relación de estiraje en este punto de 1:45, Desde estos rodillos el filamento se tendió hasta un tercer par de rodillos 3 que tenían una velocidad circunferencial de 2170 m/minuto y una temperatura superficial de 250°C; el filamento pasó también 8 veces alrededor de estos rodillos. Los rodillos tenían un diámetro de 230 mm y, por lo tanto, 8 vueltas de 180° daban cada una una longitud total de contacto de 5,8 m por cada rodillo. Con una velocidad superficial del rodillo de 2170 m/minuto, el tiempo de contacto era de 0,16 segundos. Bajo una tensión de 2 p/tex, el filamento pasó entonces 8 veces alrededor del par de rodillos sin calentar 4, que tenían una velocidad circunferencial de 2080 metros por minuto. El filamento pasó entonces a un cabezal devanador bajo una tensión de devanado de 120 p/tex. La tensión del filamento se midió según se describe en Koch-Satlow, Grosses Textil-Lexikon. p. 360 (Deutsche Verlagsanstalt Stuttgart, 1965).

Los filamentos resultantes tenían una viscosidad específica de 0,95, un título o masa linéica de 1,100 decitex; una tenacidad específica de 74 p/tex; un alargamiento al punto de rotura del 14,5 %; un alargamiento de 10,3 % bajo una carga de 6 kp; y una contracción de 4,2 % a 160°C. La prueba de contracción se efectuó sometiendo un trozo de filamento con una longitud de exactamente 10 m a una temperatura de



160°C en una cabina secadora con aire en circulación por espacio de 10 minutos; el trozo de filamento se suspendió entonces a la temperatura del ambiente durante un periodo de 16 horas y su longitud se midió de nuevo. El valor de contracción dado es la diferencia en longitud expresada como porcentaje de la longitud inicial.

Los filamentos que poseen las propiedades mencionadas cumplen con las exigencias de un bajo grado de contracción a un bajo alargamiento y se pueden emplear, por ejemplo, en la fabricación de telas para transportadores de cinta.

El ejemplo comparativo que sigue describe un proceso discontinuo mediante el cual se han producido con anterioridad filamentos que poseen propiedades similares a los descritos anteriormente.

#### EJEMPLO COMPARATIVO

Polietilentereftalato, que tenía una viscosidad específica de 1060 (medida como en el ejemplo 1) se fundió en una extruidora y se hiló a un régimen de 220 gramos por minuto, empleando una placa de hilera de 200 orificios. Después de enfriarse en una caja de hilatura se dió apresto al haz capilar. Los filamentos se estiraron entonces según se ha descrito en el ejemplo 1, con la diferencia que el tercer par de rodillos 3 tenía una velocidad circunferencial de 2,170 m/minuto y una temperatura superficial de tan solo 125°C. El filamento se hizo pasar entonces a una devanadora bajo una tensión de 3 p/tex. (Este método se describe en la patente EE. UU. nº 3.400,194). Los filamentos obtenidos de esta manera tenían una tenacidad específica de 74 p/tex; un alargamiento al punto de rotura de 10,6 %, un alargamiento de 7,9 % bajo una carga de 6 kp; y una contracción de 16,6 % a 170°C. Debido



5 a su alargamiento especialmente bajo, los filamentos de este tipo son idóneos para la fabricación de cuerdas y cordones y cordelería en general; no obstante, debido a su elevada contracción al calor no son apropiados para la fabricación de artículos que se tengan que someter a temperaturas elevadas durante la fabricación (por ejemplo durante la vulcanización) o que se tengan que utilizar, por ejemplo, en transportadores de cinta para materiales calentados, o en neumáticos. Para utilizarse en artículos de este tipo, los filamentos deben fijarse al calor ulteriormente o someterse a un tratamiento que de a los filamentos un bajo grado de contracción, por ejemplo el llevado a cabo en el procedimiento siguiente.

10 La patente nº 1.142,636 describe un procedimiento según el cual los filamentos se fijan al calor en un lecho fluidizado a una temperatura de 252°C de forma que la velocidad de alimentación sea aproximadamente de 580 m/minuto (que corresponde a una relajación de 3 %) y el filamento es de 600 minutos, y el tiempo de permanencia en el lecho fluidizado caliente fué de aproximadamente 3 segundos. El filamento obtenido en este procedimiento tenía un título o masa lineica de 1135 decitex.; una resistencia a la rotura de 70 p/tex; un alargamiento al punto de rotura de 14,2 %, un alargamiento del 10,1 % bajo una carga de 6 kp; y una contracción al calor de 4,6 % a 160°C.

25 Los filamentos obtenidos de esta manera en un proceso discontinuo tienen prácticamente las mismas propiedades textiles que los descritos en el ejemplo 1.

30 El ejemplo comparativo demuestra el progreso técnico alcanzado por el método de operación del invento totalmente continuo si se compara con el proceso clásico, especialmente



te el hecho inesperado de que con una diferencia en el tiempo de contacto de 2,84 segundos se puede obtener el mismo efecto de termofijación.

EJEMPLO 2

5           Según se describe en la patente EE.UU. nº 2.829.153, se condensó polietilentereftalato de una manera continua, a partir de etilenglicol y dimetiltereftalato a una viscosidad específica de 1,32 (medida como en el ejemplo 1). El fundido se hizo pasar a una bomba de hilar y, después de filtrarse sobre arena, se hiló a través de una placa de hilera de 200 orificios.

10           Mediante el empleo del dispositivo descrito en la patente nº 1.006,136, que se instaló por debajo de la hilera, los filamentos se recalentaron de tal manera que el haz de filamentos, antes de pasar al rodillo acabador tenía una tensión de 0,004 p/decitex calculada sobre el título o masa lí-  
15           nética del filamento sin estirar que era de 6,800 decitex. Después de humedecerse con un compuesto de apresto el filamento se estiró según se ha descrito en el ejemplo 1, pero variando  
20           la temperatura superficial del tercer par de rodillos 3 y la tensión del filamento entre pares de rodillos 3 y la tensión del filamento entre pares de rodillos 3 y 4 según se indica en la tabla 1.

25           La tabla 2 da una relación de los datos más importantes de los filamentos obtenidos por las pruebas cuya relación se expone en la tabla 1.

---



T A B L A 1

Prue ba	Velocidad circunferen cial de los pares de rodillos (m/min)				Temperatura superfi cial de los pares de rodillos (°C)				Tiempo de contacto sobre el par de ro dillos 3 (segundos)	Tensiones de los filamen tos (p/tex) entre los pa res de rodi llos 3 y 4
	1	2	3	4	1	2	3	4		
A	250	1125	1600	1520	100	180	210	40	0,16	5,2
B	250	1125	1600	1450	100	180	210	40	0,16	2,8
C	250	1125	1600	1380	100	180	210	40	0,16	1,1
D	250	1125	1600	1550	100	180	240	50	0,16	5,4
E	250	1125	1600	1530	100	180	240	50	0,16	6,8
F	250	1125	1600	1550	100	180	260	58	0,16	7,2
G	250	1125	1600	1550	100	180	250	55	0,08	7,1
H	250	1125	1600	1550	100	180	250	55	0,04	7,2

T A B L A 2

Prue ba	Resisten cia a la rotura (Kp)	Tenacidad especifi ca (p/tex)	Título (deci tex)	Alargamiento al punto de rotura (%)	Contracción a 1600C (%)
A	8,8	78,9	1115	12,6	13,6
B	8,7	74,4	1170	15,4	9,1
C	8,5	68,7	1240	20,7	7,2
D	8,9	81,7	1090	12,8	7,3
E	8,8	80,0	1100	12,8	7,1
F	8,7	78,7	1105	13,1	7,0
G	8,8	79,3	1110	12,7	7,2
H	8,7	78,2	1115	13,0	7,4



Los datos cuya relación se expone en la tabla 2 demuestran que con una temperatura superficial del par de rodillos 3 de 210°C solamente se consigue una contracción de 7,2% cuando la tensión del filamento entre el par de rodillos 3 y 4 se reduce mucho, v.g., cuando se permite una relajación del 13,8 % después del proceso de estiramiento (prueba C). De este modo, una reducción de la tensión de los filamentos hace que aumente el alargamiento a valores muy elevados y que se reduzca la tenacidad específica a un grado extraordinariamente alto debido al gran aumento del título o masa lineal. No obstante, cuando se trabaja según el procedimiento del invento (pruebas D-H) se puede obtener directamente un filamento con las propiedades de contracción y alargamiento requeridas para un cordón de poliéster para neumáticos.

EJEMPLO 3

Se fundieron gránulos de polietilentereftalato que tenían una viscosidad específica de 0,85 (medida como en el ejemplo 1) en una extruidora y se hilaron a un régimen de 86 gramos por minuto a través de una hilera de 50 orificios. Después de enfriarse en una caja de hilatura, se dió apresto al haz de filamentos y se hizo pasar a un par de rodillos 1 que tenía una velocidad circunferencial de 600 metros por minuto y una temperatura superficial de 90°C y alrededor de los cuales el filamento pasó 6 veces. Desde estos rodillos, el filamento se hizo pasar a un segundo par de rodillos 2 que tenía una temperatura superficial de 180°C y una velocidad circunferencial de 2,100 metros por minuto y alrededor de los cuales los filamentos pasaron 10 veces. El filamento se tendió entonces hasta un tercer par de rodillos 3 que tenía una temperatura superficial de 230 a 280°C, según se indica en la



5 tabla 3, y una velocidad circunferencial de 3,000 metros por minuto y alrededor de los cuales el filamento pasó de 3 a 12 vueltas, según se indica en la tabla 3. El filamento pasó entonces de una tensión de 0,4 hasta 3 p/tex según se indica en la tabla 3, mientras se humedecía de nuevo con un compuesto de apresto.

Los parámetros diferentes del proceso de elaboración se relacionan en la tabla 3 y las propiedades de los filamentos resultantes se relacionan en la tabla 4.

10 T A B L A 3

Prueba	Velocidad circunferencial de los pares de rodillos (m/min)		Temperatura superficial de los pares de rodillos °C	Tiempo de contacto sobre el par de rodillos 3 (segundos)	Tensión entre los pares de rodillos 3 y 4 (p/tex)
	3	4			
I	3000	2790	230	0,18	0,4
J	3000	2810	245	0,18	0,8
K	3000	2850	260	0,18	1,2
L	3000	2910	280	0,12	1,4
M	3000	2850	260	0,12	1,2
N	3000	2850	260	0,045	1,2

20 T A B L A 4

Prueba	Resistencia a la rotura (Kp)	Tenacidad específica (p/tex)	Título (d/tex)	Alargamiento al punto de rotura (%)	Contracción a 160°C (%)
J	1,83	64,3	285	16,2	2,3
K	1,80	63,2	285	15,4	2,4
L	1,75	59,4	295	15,8	2,0
M	1,82	62,7	290	16,0	2,2
N	1,79	62,8	285	16,8	2,4

5

10

15

20

25

30



Estos ejemplos demuestran que la termofijación en los procesos de hilatura-estiramiento puede llevarse a cabo en la gama de temperatura relativamente grande de 230 a 280 °C, produciendo en cada caso filamentos con propiedades aproximadamente análogas cuando se modifica correspondientemente la tensión de relajación. Por razones de ingeniería química no se puede trabajar a temperaturas por debajo del límite de 230°C puesto que el filamento se tendría que someter a tensiones muy bajas, con el resultado de que avanzarían de un modo muy desigual unos filamentos sobre otros, produciéndose de este modo roturas de los filamentos.

- N O T A -

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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España, sobre: PROCEDI  
MIENTO PARA LA FABRICACION DE FILAMENTOS A PARTIR DE POLIES-  
TERES LINEALES DE ALTO PESO MOLECULAR; caracterizándose por  
lo siguiente:

1º.- Procedimiento para la fabricación de filamentos a partir de poliésteres lineales de alto peso molecular, caracterizado porque estirar el filamento, pasarlo sobre o alrededor de uno o mas rodillos que tienen una temperatura de superficie de entre 230 y 280°C durante un tiempo total de contacto de entre 0,02 y 0,5 segundos, y a continuación permitiendo que el filamento se relaje bajo tensión de entre 0,2 y 10 p/tex, calculado sobre el título final del filamen-



to.

2\*.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúan al mismo tiempo y en solamente una etapa el hilado, estiraje, fijado térmico y bobinado.

5 3\*.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque comprende la extrusión de poliéster fundido a través de una hilera; pasar el filamento así formado sobre o alrededor de uno o más rodillos que tienen una temperatura de superficie de aproximadamente entre 80 y 120°C; pasar 10 el filamento durante un tiempo de contacto total de entre 0,02 y 0,5 segundos sobre o alrededor de uno o más rodillos con una temperatura de entre 230 y 280°C; y pasar el filamento a una tensión de entre 0,2 y 10 p/tex a un bobinador.

15 4\*.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la velocidad circunferencial del rodillo o rodillos anteriormente mencionados es de entre 4,5 y 7 veces la velocidad del rodillo o rodillos mencionados primeramente.

20 5\*.- Procedimiento según la reivindicación 3 ó 4, caracterizado porque entre el paso sobre o alrededor del rodillo o rodillos mencionados primeramente, y el rodillo o rodillos mencionados en último lugar, se pasa el filamento sobre o alrededor de uno o más rodillos adicionales con una temperatura de superficie de entre 120 y 220°C.

25 6\*.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la velocidad circunferencial del rodillo o rodillos con una temperatura de superficie de entre 120 y 220°C es de entre 3,5 y 5,5 veces la velocidad del rodillo o rodillos mencionados primeramente.

30 7\*.- Procedimiento según la reivindicación 3 ó 4, caracterizado porque, entre el paso sobre o alrededor del ro-



dillo o rodillos mencionado en primer lugar y el (los) mencionado en último lugar, se pasa el filamento entre  $1/4$  y  $1/2$  vez alrededor de un solo rodillo con una temperatura de superficie de entre  $120$  y  $220^{\circ}\text{C}$ .

5                   8\*.- Procedimiento según la reivindicación 3 ó 4, caracterizado porque entre el paso sobre o alrededor del rodillo o rodillos mencionados en primer lugar y el (los) mencionado en último lugar, se pasa el filamento sobre una placa con una temperatura de superficie de entre  $120$  y  $220^{\circ}\text{C}$ .

10                   9\*.- Procedimiento según la reivindicación 3 ó 4, caracterizado porque, entre el paso sobre o alrededor del rodillo o rodillos mencionados en primer lugar y el (los) mencionado en último lugar, se somete el filamento a chorros de vapor de agua sobrecalentado con una temperatura de entre  $175$  y  $450^{\circ}\text{C}$ .

15                   10\*.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 9, caracterizado porque, después de pasar sobre o alrededor de un rodillo o rodillos con una temperatura de superficie de entre  $230$  y  $280^{\circ}\text{C}$ , se pasa el filamento a uno o mas rodillos no calentados y bajo una tensión de entre  $0,2$  y  $10$  p/tex, y a continuación a un bobinador.

20                   11\*.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 10, caracterizado porque se enfría el filamento inmediatamente antes del bobinado.

25                   12\*.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el enfriado se efectúa mediante la aplicación de chorros de aire o por pulverización con un compuesto de encolado.

30                   13\*.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 12, caracterizado porque la velocidad de bobi-



nado es de entre 1200 y 3500 m/min.

5 14<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el poliéster lineal comprende residuos de ácido dicarboxílico y residuos de diol.

10 15<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque los residuos de ácido dicarboxílico son residuos de ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido 4,4'-difenildicarboxílico, ácido 2,5-dimetiltereftálico, ácido 5-sulfoisoftálico, bis-(p-carboxi-fenoxi)etano, ácido naftalen-1,3-dicarboxílico, ácido naftalén-1,4-dicarboxílico, ácido naftalen-1,5-dicarboxílico, ácido naftalén-2,6-dicarboxílico, ácido hexahidrotereftálico, ácido ciclobutanodicarboxílico, ácido adípico, ácido subérico, ácido sebácico, ácido decanodicarboxílico o ácido sulfonil-4,4-dibenzóico, o una mezcla de dos o mas de estos.

15 16<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 14 ó 15, caracterizado porque los residuos de diol son residuos de un diol alifático, un diol cicloalifático o un diol aromático-alifático, o de una mezcla de dos o más de estos.

20 17<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado porque los residuos de diol son residuos de etilenglicol, 1,2-propanodiol, 1,4-butanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, 1,2-ciclobutanodiol, 1,3-ciclobutanodiol, 1,4-dimetilolciclohexano, 1,3-xililenglicol, 1,4-xililenglicol, bis-(4,4'-hidroxifenil)-dimetilmetano, 1,3-bis-hidroxietoxibenceno ó 1,4-bis-hidroxietoxibenceno, o una mezcla de cualquier 2 ó mas de estos.

25 18<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque el poliéster es poli-



etilentereftalato.

19<sup>o</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el poliéster comprende un compuesto ramificador. -

5  
20<sup>o</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque el componente ramificador es ácido trimellítico, ácido trimérico, ácido piromellítico, ácido 5-hidroxiisoftálico, pentaeritritol, 1,1,1-trimetiloletano, 1,1,1-trimetilolpropano, 1,1,4,4-tetrametilolciclohexano, 2,2,6,6-tetrametilol-1-ciclohexanol o un derivado formador de poliéster de cualquiera de estos.

10  
21<sup>o</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 19 ó 20, caracterizado porque el componente ramificador está presente en una cantidad no superior a 1 % en peso calculado sobre el polímero.

15  
22<sup>o</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el poliéster comprende un agente de esterado o un absorbente de ultravioleta.

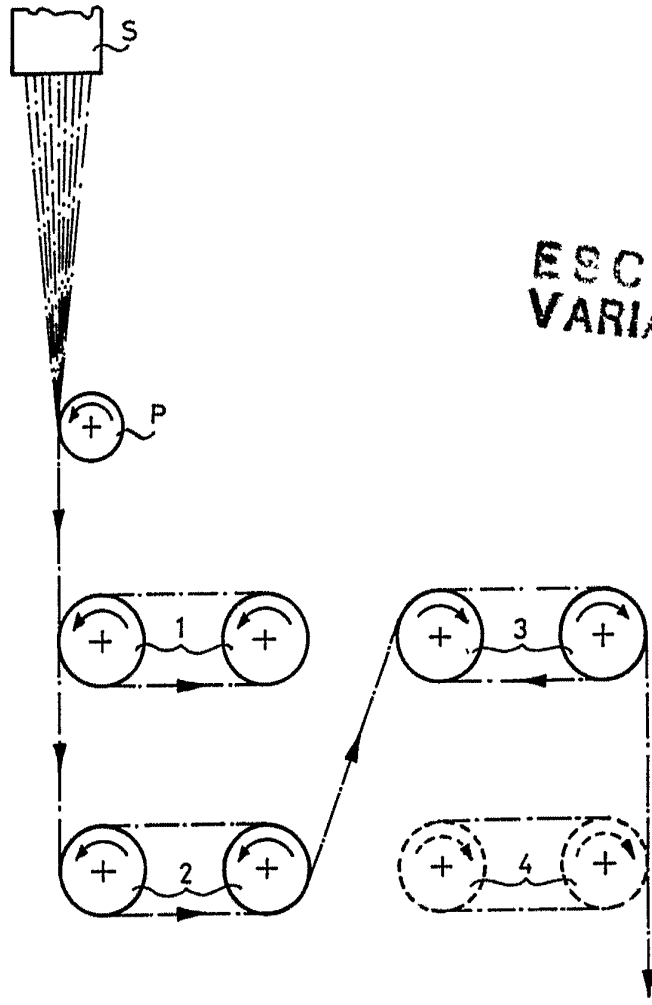
20  
23<sup>o</sup>.- Procedimiento para la fabricación de filamentos a partir de poliésteres lineales de alto peso molecular, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

25  
Esta Memoria consta de 25 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 10 JUN 1975

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

A. BONEZ ACEBO Y CIA. S.  
Sociedad Española de Gestión Forestal



ESCALA VARIABLE

19 JUN 1975

Madrid

L. GOMEZ ACEBO Y MUÑOZ  
p. Firmador L. Geste Farañedez

ESCALA VARIABLE.