

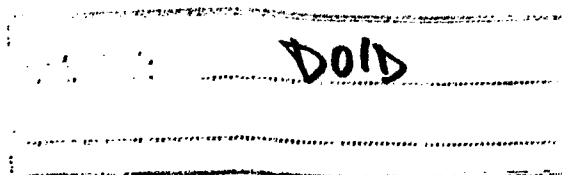
429838

21



P.- 58.378

Pos. A3GW 31688



Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de AKZO nv

entidad holandesa

establecida en IJssellaan 82, Arnhem, Holanda

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE HILOS A PARTIR
DE POLIMEROS SINTETICOS SEGUN EL PROCEDIMIENTO DE
HILATURA EN FUSION"

(Clase Internacional D01d)

17.9.74

- 1 -



Objeto del invento es un procedimiento para la producción de hilos a partir de polímeros sintéticos según el procedimiento de hilatura en fusión, en el cual se emplea una tobera o hilera que está preparada por el lado de salida con una capa de silicona líquida.

Es sabido, en la fabricación de hilos a base de polímeros sintéticos según el procedimiento de hilatura en fusión, extruir la masa de hilatura fundida a través de toberas. La masa de hilatura es introducida en este caso en la tobera de hilatura con una considerable presión, y al abandonar los orificios de tobera la masa de hilatura en forma de hilos pasa a la denominada cuba de hilatura, en la que en general reina presión normal. Junto al lado de salida de la tobera de hilatura se llega con frecuencia a perturbaciones. Es conocido el denominado efecto de balón, con el cual los hilos se hinchan, inmediatamente después de salir de la tobera, de manera similar a un balón. Este efecto de balón puede conducir a irregularidades en el hilo resultante, lo que puede influir por ejemplo en sentido negativo en lo que se refiere a la uniformidad del título y a la uniformidad en lo que respecta a la tingibilidad.

Es muy temido el denominado goteo junto a la

salida de una tobera, lo que habitualmente obliga inmediatamente a interrumpir el proceso de hilatura en esta tobera. El proceso de formación de goteo puede desarrollarse de modo que el hilo salga primero de modo inclinado desde el orificio de tobera en lugar de hacerlo verticalmente, de este modo se constituyen en el hilo junto a la salida de la tobera tensiones, que llevan al hilo a movimiento pendulante. En tal caso puede ocurrir que el hilo golpee sobre la superficie de tobera junto al orificio de salida y entonces se rompa inmediatamente la mayor parte de las veces. Entonces junto al orificio de tobera se forma una gota, que puede aplicarse muy rápidamente también sobre los otros orificios de tobera. Incluso sin aplicación sobre otros orificios de tobera, la formación de una gota constituye una perturbación para la hilatura, que debe ser suprimida. Aparte de la pérdida de tiempo, que traen consigo tales interrupciones, las perturbaciones para la hilatura conducen a que aumente el número de las denominadas bobinas cortas. Esto es una gran desventaja, ya que en la industria textil se pretende tener a disposición bobinas del mayor tamaño que sea posible, en las cuales se encuentre un hilo ininterrumpido, es decir un hilo sin nudos y otros defectos.

Finalmente, junto al orificio de salida se

21 SET 1974

forman con facilidad también deposiciones, que estrechan el orificio de salida de las toberas, de manera que no pasa a través de las toberas la cantidad deseada de masa de hilatura por unidad de tiempo. La consecuencia de ello es un título irregular.

Ya se ha intentado remediar las desventajas arriba mencionadas sometiendo a las toberas de hilatura metálicas a preparación con compuestos orgánicos de silicio estables frente al calor, que eran aplicados sobre las toberas en forma de una delgada capa (véase memoria de patente alemana 837.436). No obstante, se ha puesto de manifiesto que estos compuestos de silicio no son suficientemente estables frente a las condiciones especiales que reinan junto al lado de salida de una tobera de hilatura. Las capas tampoco soportaban sin daño la limpieza, necesaria de tiempo en tiempo, de la placa de toberas desmontada.

Ciertamente se han descrito en la bibliografía procedimientos para estabilizar siliconas. Así, por ejemplo, en la memoria de patente de los Estados Unidos 2.445.567 se describe la estabilización de siliconas por medio de compuestos de hierro, cobalto, níquel y cobre. Siliconas modificadas de tal modo no son suficientemente estables. Por lo tanto son poco apropiadas como agentes para someter a preparación a




5 toberas de hilatura para el proceso de hilatura en fusión, ya que en el transcurso del proceso de hilatura no puede impedirse suficientemente la descomposición de estos aceites de silicona sobre la placa de toberas, y pueden formarse de este modo perturbadoras deposiciones sólidas.

También, en el caso de una estabilización insuficiente, existe el peligro de una volatilización del aceite de silicona por degradación oxidante del mismo. Por lo demás, los compuestos metálicos empleados conducen también a descoloraciones del género de hilo que ha sido hilado, ya que siempre es arrastrado por los hilos algo de la película de silicona aplicada sobre la tobera. Aceites estabilizados con compuestos de hierro ya son turbios y de color parduzco antes de emplearse sobre la tobera.

Por lo tanto, como agente de preparación sobre la tobera de hilatura se ha empleado hasta ahora preferiblemente silicona no estabilizada. En estos casos se trabajaba, sobre todas las cosas, con siliconas que la mayor parte de las veces estaban por lo menos parcialmente feniladas. Sin embargo, también estos procedimientos poseen una serie de desventajas; así, también estos siloxanos fenilados se volatilizan en las condiciones de la hilatura en fusión después de un tiempo relativa-

21 SET 1974



mente corto, de manera que las toberas funcionan en estado seco y comienzan a gotear. La tobera es luego rociada con aceite de silicona durante el proceso de hilatura en desarrollo y después es limpiada. La limpieza se efectúa en tal caso predominantemente por el denominado "afeitado", en el cual la tobera es raspada con un objeto liso y afilado, por ejemplo un dispositivo a modo de cuchilla, de una hoja de afeitar, de un rascador, etc., con el fin de eliminar los restos de polímero desde el lado de salida de la tobera.

En la práctica es usual "afeitar" las toberas en determinados intervalos de tiempo, independientemente de que la tobera esté en este momento goteando o no. Se habla entonces de un denominado turno de afeitado. Naturalmente, este modo de conservación es complicado y exige un considerable gasto de operarios. En el fondo, en este caso se logra sólo que en lugar de las perturbaciones de hilatura, imprevisibles en cuanto al tiempo, se establezcan de manera planificada interrupciones en la hilatura. Por lo demás, mediante este procedimiento las perturbaciones de hilatura imprevistas, por ejemplo por causa de goteo, sólo pueden ser impedidas parcialmente; y continúan apareciendo siempre tales perturbaciones, que hacen necesario un denominado "afeitado intermedio" entre los afeitados planificados de los ciclos de afeitado.

17.9.74



Cuando se emplean siliconas feniladas para someter a preparación a las toberas, se agrega a ello el hecho de que estos aceites no se extienden apenas o nada, es decir sólo se diseminan espontáneamente de mala manera, o no lo hacen, sobre la superficie de la tobera, de manera que es difícil obtener una distribución uniforme sobre la placa de toberas. También existe el peligro de que en ciertos lugares sobre la tobera no llegue apenas nada de agente de preparación o que los lugares de uso se sequen con rapidez. Por lo tanto, estos aceites de silicona no son especialmente apropiados tampoco para un modo de aplicación continuo. Estas desventajas mencionadas aparecen especialmente en el caso de grandes placas de toberas.

Estos aceites disuelven además a temperatura elevada las deposiciones tales como polímeros descompuestos, etc. Esto, al efectuar el afeitado, conduce a un ensuciamiento, es decir a placas de toberas que no están limpias.

Se ha encontrado ahora que se pueden fabricar de manera especialmente ventajosa hilos a base de polímeros sintéticos según el procedimiento de hilatura en fusión por extrusión de la masa de hilatura a través de una tobera sometida a preparación por el lado de salida con una capa de silicona líquida, si se utilizan silico-

21 SEP 1974

nas estabilizadas con compuestos de cerio. Son muy apropiadas siliconas estabilizadas con compuestos de cerio que tienen una viscosidad de 50 a 600 cP, siendo especialmente ventajosas viscosidades de 70 a 300 cP.

5 Preferiblemente, en calidad de siliconas se utilizan polidimetilsiloxanos.

En una forma de realización especialmente ventajosa del procedimiento de acuerdo con el invento se utilizan siliconas que han sido estabilizadas mediante el producto de reacción de acetilacetato de cerio y siloxanos que tienen átomos de hidrógeno capaces de reaccionar.

10 Como siliconas, tal como se emplean en el procedimiento de acuerdo con el invento, han de entenderse los llamados órgano-siloxanos tal como se describen, por ejemplo, en Römpf Chemie-Lexikon, Anualidad 1966, página 5.934 y siguientes. En tal caso se trata preferiblemente de polímeros lineales, en los cuales se alternan en la cadena átomos de oxígeno y de silicio y en los cuales las valencias laterales del silicio son satisfechas predominantemente por radicales hidrocarbonados. Dentro del marco del invento son apropiadas especialmente las siliconas con estructura líquida o no demasiado viscosa. Son especialmente útiles siliconas con una viscosidad de aproximadamente 50 a 600 cP. Pasan a emplearse pre-



5 feriblemente metilsiliconas, es decir siliconas en las cuales las valencias laterales así como las dos valencias terminales están satisfechas total o predominantemente por grupos metilo. No obstante, también pueden utilizarse siliconas que tienen otros radicales hidrocarbonados, así como siliconas en las cuales los grupos metilo están parcialmente reemplazados por grupos fenilo. Tampoco es indispensable necesario que las siliconas empleadas sean exclusivamente de estructura lineal.

10 Entre las siliconas, en las cuales las valencias laterales o terminales no están satisfechas total o predominantemente con grupos metilo, se han acreditado mucho siliconas feniladas, especialmente con un grado de fenilación hasta de 10%, preferiblemente hasta de 3%. El grado de fenilación indica el porcentaje de las valencias que han sido reemplazadas por grupos fenilo.

15 En una forma de realización especial del procedimiento de acuerdo con el invento se utilizan mezclas de metilsiloxanos y siliconas feniladas.

20 Mediante el empleo de tales mezclas se logran efectos de limpieza especialmente favorables, ya que se alcanza un buen efecto de separación en el límite entre el metal de la tobera y las deposiciones,

25



así como un efecto de disolución limpiador.

5 Para estabilizar las siliconas se pueden emplear dentro del marco del invento los más diferentes compuestos de cerio. Así, pueden utilizarse compuestos puramente inorgánicos, tales como nitrato de cerio o sulfato de cerio. También se pueden usar sales de ácidos orgánicos. Son muy apropiados también compuestos de cerio que tienen una estructura de quelatos, tales como por ejemplo el acetilacetonato de cerio.

10 Son especialmente apropiadas, dentro del marco del invento, siliconas que han sido obtenidas mediante el producto de reacción de acetilacetonato de cerio y un siloxano que tiene átomos de hidrógeno capaces de reaccionar. Siliconas con átomos de hidrógeno capaces de reaccionar son compuestos en los cuales las valencias laterales o terminales del silicio no están satisfechas totalmente por grupos alcohol o fenilo, y todavía tienen en estos lugares átomos de hidrógeno. Estos átomos de hidrógeno son especialmente bien capaces de reaccionar; en la reacción con el compuesto de cerio, el cerio es fijado químicamente por el compuesto de silicio. La reacción, que tiene lugar en presencia de oxígeno, conduce presumiblemente a un compuesto en el cual el cerio está unido con la molécula de silicona con enlaces covalentes pasando por un átomo de oxígeno. Este compuesto químico

15
20
25



influye dentro del marco del invento de manera especial-
mente buena como estabilizador, se regenera espontánea-
mente durante el empleo de la silicona en presencia de
una suficiente oferta de oxígeno del aire, de manera
5 que se logra un efecto de estabilización de larga du-
ración. Siliconas estabilizadas de este modo son muy
homogéneas, no tienden a la sedimentación y son prácti-
camente incoloras.

La silicona estabilizada con un compuesto de
10 cerio puede ser aplicada de manera muy sencilla sobre
la tobera, que se emplea en el procedimiento de hila-
tura en fusión. Así, la tobera puede ser provista por
ejemplo antes de la iniciación de la hilatura, con ayu-
da de un pincel adecuado, con el agente de preparación
15 de silicona estabilizada. La silicona estabilizada pue-
de también ser aplicada por rociado con ayuda de un dis-
positivo adecuado. En este caso la silicona puede ser
pulverizada como aerosol con utilización conjunta de un
agente propulsor. No obstante, también puede ser rocia-
20 da según el principio de la atomización con utilización
de un gas, tal como por ejemplo aire. Se pueden someter
las toberas a preparación en cada caso antes de un pro-
ceso de afeitado.

El procedimiento de acuerdo con el invento trae
25 consigo toda una serie de sorprendentes ventajas. Las si-

21



5 liconas estabilizadas con compuestos de cerio se dis-
tribuyen muy bien sobre la superficie de salida de la
tobera de hilatura, de manera que se forma una película
uniforme. Así, después del rociado, el aceite se despla-
za con suficiente rapidez, en dirección a los orificios
de tobera, al lugar en donde tiene lugar durante la hi-
latura un cierto consumo del aceite. La tobera funcio-
na durante un tiempo esencialmente más largo que lo que
ocurre cuando se emplean siliconas no estabilizadas, o
10 en el caso de siliconas que han sido estabilizadas con
otros estabilizadores diferentes de compuestos de cerio.
Mediante la utilización de compuestos de cerio en cali-
dad de estabilizadores es posible el empleo de metilsili-
conas, que en sí forman una película uniforme, pero que
15 sin la adecuada estabilización se descomponen con mucha
rapidez y de este modo conducen a perturbaciones para la
hilatura. Prácticamente no se forma ningún lugar junto
al que no esté presente nada de aceite de silicona, y la
formación de productos de descomposición sobre la tobera
20 es reducida esencialmente en comparación con aceite no
estabilizado. El número de los afeitados intermedios ne-
cesarios es reducido esencialmente mediante el procedi-
miento de acuerdo con el invento.

25 Por lo demás, se puede afeitar de una manera más
limpia que lo que ocurre cuando se utilizan los agentes

21 SEP 1974



5 auxiliares de afeitado usuales. El aceite de silico-
na estabilizado utilizado de acuerdo con el invento
influye evidentemente como agente lubricante especial-
mente bueno durante el afeitado y al mismo tiempo im-
pide también, como agente de separación extraordina-
riamente eficaz, que se produzca una adherencia firme
de deposiciones sobre la placa de toberas. También es
posible aumentar considerablemente los intervalos que
transcurren entre los ciclos de afeitado principales
10 individuales. De esta manera, también es posible fabri-
car bobinas con un peso mayor y también disminuir drás-
ticamente el número de las llamadas bobinas cortas, ya
que se pueden reducir esencialmente los afeitados in-
termedios necesarios.

15 El procedimiento de acuerdo con el invento
posee ventajas especialmente grandes en la fabricación
de títulos individuales finos según el procedimiento
de hilatura en fusión. Tal como es sabido, es especial-
mente difícil fabricar títulos individuales finos, sin
20 que durante el proceso de fabricación se produzcan fre-
cuentemente perturbaciones para la hilatura. Las temi-
das perturbaciones en la hilatura pueden observarse, en
efecto, de manera especial en el caso de títulos finos
y finísimos. La tendencia a perturbaciones en la hila-
25 tura es reducida en el procedimiento de acuerdo con el

17.9.74

21 SET 1974

invento de manera especial también en el caso de la fabricación de títulos finos y finísimos.

El invento es explicado con mayor detalle con ayuda del siguiente Ejemplo:

5

Ejemplo.-

En un matraz Erlenmeyer de 1 litro se disuelven 6,51 g de nitrato de cerio y 4,5 g de acetilacetona en 300 ml de agua destilada, con buena agitación se añade gota a gota solución al 2% de amoníaco hasta que se alcanza un valor de pH exactamente de 8,0. Se separa un precipitado de color amarillo claro de acetilacetonato de cerio monohidratado, que es filtrado con succión en un filtro de trompa, y es lavado ulteriormente con alrededor de 300 ml de agua destilada. El precipitado es secado en alto vacío sin calentamiento, hasta que se obtiene un producto en forma de polvo.

15

4,10 g del acetilacetonato de cerio monohidratado recientemente preparado son calentados a reflujo durante 5 a 10 minutos en 2,5 litros de benceno destilado, conduciéndose a través de la solución una corriente de aire con un caudal de 5 litros/minuto. A la solución de color rojo oscuro se añade una solución de 6,25 g de un siloxano que tiene átomos de hidrógeno capaces de reaccionar en 100 ml de benceno y se calienta a reflujo durante 1 hora más continuando la introducción de

20

25



5 litros de aire por minuto. Inmediatamente después se añaden a esto 5 kg del aceite de silicona que ha de ser estabilizado, y se separa por destilación el benceno con constante introducción de 5 litros de aire por minuto, se calienta a una temperatura interna de 275°C, se aumenta la cantidad de aire a 80-100 litros por minuto y se continúa calentando durante 4 horas más a una temperatura interna de 275°C.

El aceite estabilizado de este modo posee un buen color propio y es enteramente transparente.

Con el aceite de silicona estabilizado del modo que arriba se describe se revisten toberas por rociado sobre ellas de una película de silicona. Mediante utilización de toberas siliconizadas de esta manera se fabrica, según un procedimiento de hilatura en fusión en sí conocido, a partir de poliamida 6, un hilo perfilado con un título de 17 dtex. Con un intervalo cronológico de 8 horas entre los afeitados planificados se necesitan por cada 12 lugares de hilatura y por día sólo 0,83 afeitados intermedios adicionales. Si para la tobera se emplea como agente de preparación una silicona adquirible en el comercio, en condiciones por lo demás iguales se necesitan 5,36 afeitados intermedios.

Esta solicitud, que corresponde a la presen-

21 SET 1974



tada en República Federal Alemana, con fecha 15 de
Octubre de 1973, bajo el N° P 23 51 668.9-26, se aco-
ge a los beneficios del artículo 51 del vigente Es-
tatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

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 si-
guientes:

15

1ª.- Procedimiento para la producción de
hilos a partir de polímeros sintéticos según el pro-
cedimiento de hilatura en fusión por extrusión de la
masa de hilatura a través de una tobera o hilera some-
tida a preparación por el lado de salida con una capa
de silicona líquida, caracterizado porque se utilizan
siliconas estabilizadas con compuestos de cerio.

20

2ª.- Procedimiento según la reivindicación
1ª, caracterizado porque se utilizan siliconas estabi-

25

17.9.74

- 16 -





21 SEP 1974

lizadas con compuestos de cerio que tienen una viscosidad de 50 a 600 cP.

5 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque se utilizan siliconas estabilizadas con una viscosidad de 70 a 300 cP.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque en calidad de siliconas se utilizan polidimetilsiloxanos.

10 5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque se utilizan siliconas que han sido estabilizadas mediante el producto de reacción de acetilacetato de cerio con metilsiloxanos que tienen átomos de hidrógeno capaces de reaccionar.

15 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª, 3ª y 5ª, caracterizado porque se utilizan siliconas con un grado de fenilación de hasta 10%, preferiblemente hasta de 3%.

20 7ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado porque se utilizan mezclas de metilsiloxanos y de siloxanos fenilados.

8ª.- Procedimiento para la producción de hilos a partir de polímeros sintéticos según el procedimiento de hilatura en fusión.

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

17.9.74

- 17 -



21 SET 1974

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

Madrid,

21 SET. 1974

P.A.

Fernando de Elizaburu
Per Poder.

17.9.74
IAG/