

Int. Cl. <u>CO8F</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

Antecedentes de la invención

Es conocido que ciertas poliamidas importantes comercialmente, tales como el nylon-6, tienen excelentes propiedades físicas en muchos aspectos. Sin embargo, para ciertos géneros de aplicación textil y productos similares preparados de tales nylons son algo deficientes por lo que se refiere a la absorción de humedad. Esta característica es importante debido a que según la Encyclopedia of Polymer Science & Technology, Vol. 10, sección "Polyamide Fibers", la absorción de humedad determina el rápido secado, los factores de comodidad, la facilidad y el coste del teñido y la "mano" o "tacto" del género. Para superar esta deficiencia de absorción de humedad se han hecho muchos intentos pero, hasta la fecha, ninguno ha sido comercialmente afortunado.

Se revela aquí la preparación y uso de un nuevo copolímero de bloques que puede convertirse en una fibra que tiene propiedades de absorción de humedad superiores a las de la poliamida utilizada comercialmente, tal como el nylon-6. Este nuevo copolímero de bloques está compuesto por cierta poliamida y por cierta poli(oxa-amida). Sorprendentemente, la incorporación de cierta poli(oxa-amida) en cierta poliamida no afecta adversamente las muy deseables propiedades, para constituir fibras, de la poliamida y mejora además subs

tancialmente su propiedad de absorción de humedad. Además, el copolímero puede dotarse de la forma deseada por extrusión, moldeo de inyección y otros métodos bien conocidos de conformación de los termoplásticos. - - - - -

5. De manera general, los copolímeros que contienen la función amida, es decir $\text{-N}-\overset{\text{H}}{\underset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}-$, pueden formarse por fusión de dos poliamidas. Así, cuando se mezclan dos poliamidas diferentes y se calientan por encima de sus puntos de fusión, se forman copolímeros. Este proceso es también conocido como
10. "mezclado con fusión". Sin embargo, el tiempo en que los polímeros se mantienen a una temperatura superior a sus puntos de fusión tiene un profundo efecto sobre la estructura resultante. Cuando empieza el mezclado a elevada temperatura, la masa es una mezcla física de dos compuestos diferentes pero,
15. gradualmente, a medida que sigue el calentamiento y el mezclado, la mezcla se convierte en un copolímero caracterizado como copolímero "de bloques". Sin embargo, si prosigue el mezclado y el calentamiento, disminuye la longitud de los "bloques" y aparecen secuencias "alternantes". Si el mezclado y el calentamiento tienen lugar durante un tiempo suficiente, desaparece la mayor parte de los "bloques" y existen predominantemente secuencias "alternantes". Actualmente no se conoce forma directa alguna de determinar las secuencias de cadena de tal polímero, pero existen métodos indirectos
20. que se revelan en detalle a continuación. La descomposición controlada de tal copolímero proporcionará todos los componentes identificables que constituyen el copolímero pero no
- 25.

indicará las secuencias. - - - - -

Como se infiere de la exposición anterior, las expresiones "de bloques" y "alternantes" pueden aplicarse erróneamente con facilidad, - - - - -

5. Sin embargo, facilita la caracterización de un polímero y/o copolímero el considerar sus materiales de partida y los métodos utilizados para preparar los polímeros. Así, por ejemplo, si se trata adecuadamente caprolactama $\left[\text{CO}(\text{CH}_2)_5\text{NH} \right]$ el polímero resultante es $\text{HO} \left[\text{CO}(\text{CH}_2)_5\text{NH} \right]_n \text{H}$, nylon-6 o un homopolímero. El último puede denominarse homopolímero. Así, el último es una molécula en forma de cadena compuesta por unidades repetitivas de especies de bajo peso molecular; no es un polímero "de bloques" ni un polímero "alternante". Por analogía, un copolímero está compuesto por
10. dos unidades monoméricas, es decir que cada unidad monomérica podría por sí misma formar un homopolímero. Así, por ejemplo, un copolímero de butadieno-estireno está compuesto por butadieno, que podría formar un homopolímero de butadieno, y por estireno, que podría formar un homopolímero de estireno,
15. y el copolímero de butadieno(a)-estireno(b) tendría una secuencia alternante. La secuencia podría ser una estructura "-abababab-". Esta última tiene una disposición alternante regularmente. Otras posibles disposiciones de copolímeros alternantes son "aleatorias", es decir -cdcdcdcccdcdcdcc-, y
20. de "secuencia corta", es decir -eefffeefffeefffee-. Son ejemplos de tales copolímeros alternantes los siguientes: El Chemical Abstract 88764f, Vol. 70, 1969 (patente japonesa
- 25.

- 28.837/68) revela un copolímero alternante que tiene propiedades de retención de humedad, preparado a partir de (a) sal de $H_2N(CH_2)_3O(CH_2)_3NH_2$ (denominado también diamina 303) y ácido adípico y (b) la caprolactama monómero. En el Journal of Polymer Science, Vol. XXL, páginas 237-250 (1956), "Some Isomorphous Copolyamides", de Cramer et al., describe métodos para preparar polímero 303-6, así como sus propiedades resultantes. - - - - -
- 5.

- Puede originarse un copolímero de bloques cuando se trata adecuadamente una mezcla de polímero "A" y de polímero "B", ambos de los cuales contienen amidas. Así, el copolímero resultante de bloques contiene cadenas relativamente largas de una composición química particular, estando separadas las cadenas por un polímero de composición química diferente, lo que se indica esquemáticamente así:

A	B	A
---	---	---

.
- 10.
- 15.

- Un copolímero de bloques puede también contener cadenas relativamente largas de una composición química particular pero en este tipo las cadenas están separadas por un "grupo de acoplamiento" de bajo peso molecular, lo que se indica esquemáticamente así:

A	B	A
---	---	---

. Cada una de las mencionadas cadenas poliméricas, es decir A y/o B, puede ser un homopolímero o un copolímero alternante. - - - - -
- 20.

- La patente U.S. 3.514.498 revela también un copolímero (alternante) de bloques, preparado a partir de dos polímeros, a saber (a) un polímero que resulta de la sal de diamina de óxido de polietileno y ácido adípico y épsilon-caprolactama y (b) poli-épsilon-capramida (nylon-6). La patente
- 25.

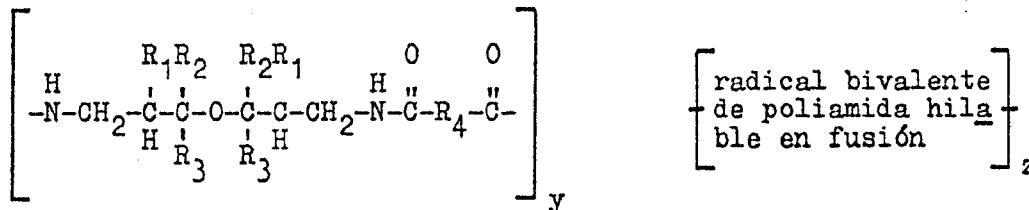
U.S. 3.549.724 revela también un copolímero (alternante) de bloques preparado a partir de (a) polímero preparado a partir de adipato diamónico de óxido de polietileno y épsilon-caprolactama y (b) nylon-6 ó nylon-6,6. La patente U.S.

5. 3.160.677 revela un copolímero de bloques preparado de (a) un polímero preparado de oxalato de dibutilo $\left[\left(\text{COOC}_4\text{H}_9 \right)_2 \right]$ y una diamina y (b) policaprolactama. - - - - -

10. Contrariamente a las previsiones basadas en la técnica anteriormente expuesta, se ha hallado ahora que es posible preparar una composición que comprende un copolímero de bloques de poliamida y poli(oxa-amida) que tiene una excelente absorción de humedad. Además, las fibras del copolímero tienen propiedades generales substancialmente equivalentes a las de los nylons tales como el nylon-6. - - - - -

15. Resumen de la invención

20. La presente invención reside en la preparación y uso de una nueva composición. Esta nueva composición tiene utilidad como fibra y como otros artículos. La composición es un copolímero de bloques de cierta poliamida y de cierta poli(oxa-amida). La porción poliamida de la molécula es un radical bivalente de una poliamida hilable en fusión. La porción poli(oxa-amida) de esta molécula contiene un enlace oxígeno, por ejemplo -R-O-R-, y un enlace amida, es decir $\text{-N} \begin{array}{c} \text{H} \\ \text{O} \\ \parallel \end{array} \text{-C-}$. La siguiente forma estructural repetitiva representa la composición preparada y utilizada según esta invención:
25. - - - - -



en la cual -----

5. R_1, R_2 y R_3 se eligen del grupo compuesto por H, alquilos con C_1-C_{10} e isoalquilos con C_3-C_{10} , -----

R_4 se elige del grupo compuesto por alquilenos con C_0-C_{10} e isoalquilenos con C_3-C_{10} , --

10. e

$y = 2-100$

$z = 2-150$. -----

El peso molecular del anterior copolímero de bloques es de unos 5.000-100.000. -----

15. Descripción

Como se ha indicado anteriormente, una porción de la nueva composición es un polímero hilable en fusión. La expresión "hilable en fusión" se refiere a un proceso en el cual el polímero, una poliamida, se calienta por encima de su temperatura de fusión y, mientras está fundido, se fuerza a través de una tobera de hilar o hilera. Esta última es una placa que contiene de uno a muchos millares de orificios, a

20.

través de los cuales se fuerza el polímero fundido bajo presión. El polímero fundido es un filamento continuo y, según el número de los orificios, pueden formarse muchos filamentos al mismo tiempo. Los filamentos fundidos se enfrían, se solidifican, se hacen converger y finalmente se recogen en una bobina. Esta técnica se describe con mayor detalle en la Encyclopedia of Polymer Science & Technology, Vol. 8., "Man-Made Fibers Manufacture", - - - - -

10. Si se extruye una sola fibra, como en el caso en que se destina al tricotado de calcetería, el producto se denomina "monofilamento". Cuando el producto debe convertirse en género por tricotado o por tejido, el número de monofilamentos es del orden de 10-100. Tal producto se conoce como "hilo multifilamento". Los hilados o hilos para la aplicación industrial, tales como para la fabricación de cuerdas, contienen usualmente desde varios centenares a un millar o más de filamentos. Cuando las fibras se utilizan para constituir un hilo retorcido, es decir un hilo formado por retorcido conjunto de cortas longitudes de fibras, como sucede en la técnica del algodón, el número de orificios puede ascender a decenas de millares. El material extruído se corta a trozos de una longitud del orden de 1-5 pulgadas (aprox., 25 a 125 mm) para producir fibra "cortada". Esta fibra cortada se convierte en hilo retorcido de la misma manera que el algodón. El polímero preparado y utilizado según la presente invención puede serlo en las formas mencionadas por medio de los varios métodos que se revelan en la presente. - - - - -

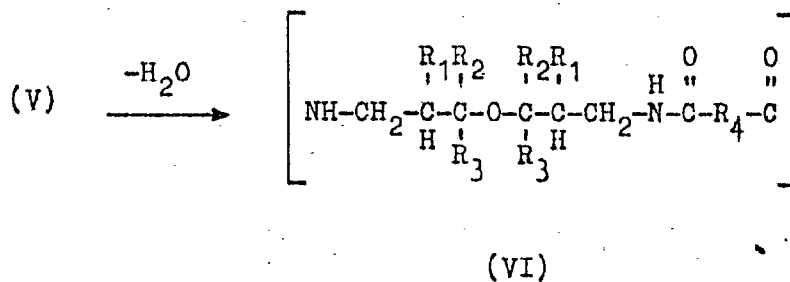
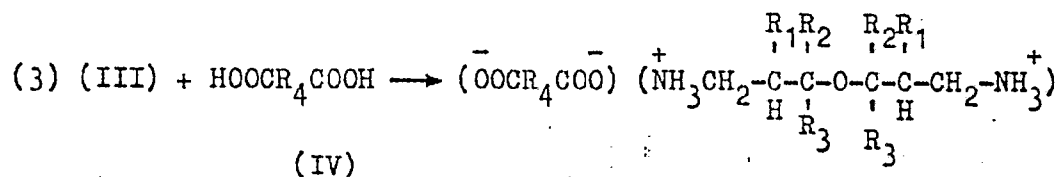
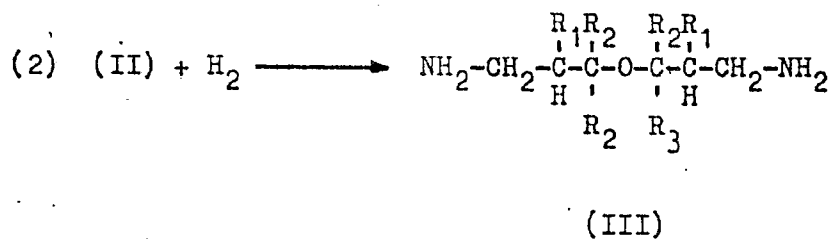
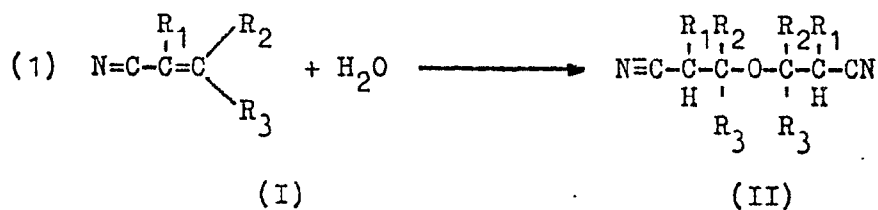
Además, los polímeros preparados y utilizados según la presente invención pueden emplearse para preparar géneros no tejidos. Los "géneros no tejidos" designan un material utilizado como género fabricado sin tejer y, en particular, que tiene fibras textiles aglomeradas o estratificadas conjuntamente por resina, caucho o plástico adhesivos o afieltradas conjuntamente bajo presión. Se describen con detalle muchos de tales métodos en Manual of Nonwovens, Prof. Dipl-Ing y Dr. Radko Krema, Textile Trade Press, Manchester, Inglaterra. - - - - -

5.
10.

Las poliamidas que son cristalizables y que tienen por lo menos una diferencia de 30°C entre el punto de fusión y la temperatura a la que el polímero fundido sufre descomposición pueden hilarse en fusión. Son ejemplos de poliamidas hilables en fusión los siguientes: nylon-6,6 [conocido también como poli(hexametilenadipamida)]; nylon-6,10 [poli(hexametilensebacamida)]; nylon-6 [poli(pentametilencarbonamida)]; nylon-11 [poli(decametilencarbonamida)]; MXD-6 [poli(metilenedipamida)]; PACM-9 [bis(para-aminociclohexil)metanacelamida]; PACM-10 [bis(para-aminociclohexil)metansebacamida] y PACM-12 [bis(para-aminociclohexil)metandodecanoamida]. Otras poliamidas se indican en la Encyclopedia of Polymer Science & Technology, Vol. 10, sección "Polyamide Fibers", tabla 12. Los métodos para preparar estas poliamidas son bien conocidos y se hallan descritos en numerosas patentes y revistas.

15.
20.
25.

La porción poli(oxa-amida) de la composición puede prepararse por medio del siguientes esquema generalizado: -



- La reacción (1) se denomina frecuentemente "cianoetilación", particularmente cuando $R_1=R_2=R_3=H$; estas R pueden también ser alquilos con C_1-C_{10} o isoalquilos con C_3-C_{10} . Las diaminas del tipo (II) se hallan comercialmente. R_4 puede ser uno de los siguientes: alquilenos con C_1-C_{10} e isoalquilenos con C_3-C_{10} . La reacción (2) es una hidrogenación. La reacción (3) es la reacción entre un diácido y una diamina que origina una sal. La reacción (4) se denomina frecuente-

mente "polimerización de condensación". En este caso, la unidad repetitiva contiene unos pocos átomos menos que el monómero y, necesariamente, el peso molecular del polímero formado es inferior que la suma de los pesos moleculares de todas las unidades monoméricas originales que se combinaron en la reacción para formar la cadena polimérica. Son ejemplos de alquilos con C₁-C₁₀ el metilo, el propilo, el butilo, el pentilo, etc.; son ejemplos de los isoalquilos con C₃-C₁₀ el isopropilo, el isobutilo, el isopentilo y similares. - - - -

5.

10.

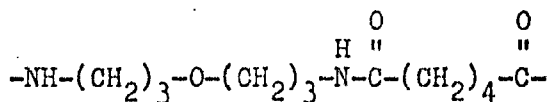
Son ejemplos de los alquilenos con C₁-C₁₀ los siguientes: el metileno, el dimetileno, el trimetileno y similares; son ejemplos de isoalquilenos con C₃-C₁₀ los siguientes: el metiltrimetileno, el metil-2-tetrametileno y similares. Los ejemplos de HOOCR₄COOH de la reacción (3) son como sigue: oxálico, malónico, succínico, glutárico, adípico, pimélico, subérico, acelaico, sebácico, undecanodioico, alfa, be

15.

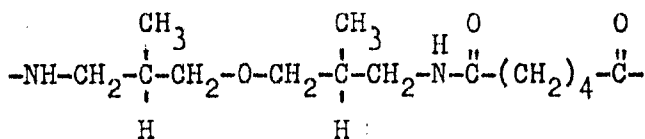
ta-dietilsuccínico y alfa-metil-alfa-etilsubérico. - - - -

Los ejemplos de polímero de poli(oxa-amida) que pueden prepararse por el esquema generalizado anteriormente mencionado son los siguientes: - - - - -

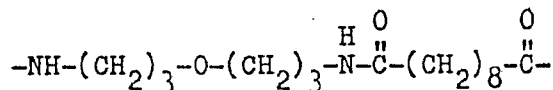
20.



poli(4-oxaheptametilenadipamida), también 303-6 - - - - -



poli(4-oxa-2,6-dimetilnonometilenadipamida) - - - - -



poli(4-oxaheptametilensebacamida). - - - - -

5. Los polímeros preparados y utilizados según la presente invención pueden también contener un antioxidante, tal como 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-diterciaributil-4-hidroxibencil)benceno. Son satisfactorias pequeñas cantidades de antioxidante, por ejemplo 0,5 por ciento en peso; sin embargo, puede utilizarse, también satisfactoriamente, tan poco como 0,01 por ciento en peso o tanto como 2,0 por ciento en peso. Pueden utilizarse antioxidantes distintos del mencionado anteriormente. El antioxidante se mezclará en general en combinación con los dos polímeros antes del mezclado con fusión. Pueden también incorporarse otros aditivos usuales para las poliamidas, tales como deslustrantes y/o estabilizadores a la luz. - - - - -
- 10.

15. Ejemplos

Lo siguiente describe cómo se prepararon los distintos nuevos polímeros y la influencia de ciertas variables sobre sus propiedades. También se indican los resultados en polímeros comparativos. - - - - -

20. 1. Preparación de poli(4-oxaheptametilenadipamida)
(303-6)

Se disolvieron 44 gramos de ácido adípico en 200 mililitros de etanol. Se disolvieron 40 gramos de 4-oxahepta

metilendiamina comercial (303) en 200 mililitros de isopropanol y la mezcla resultante se añadió a la mezcla de dicho ácido y etanol. Tuvo lugar una reacción exotérmica. Con el enfriamiento cristalizó una sal polimérica de la mezcla de alcoholes. La sal polimérica se recogió en un embudo Buchner y luego se recristalizó de una disolución de cantidades iguales de etanol e isopropanol. Se obtuvieron unos 80 gramos de sal. Una disolución al 1% de la sal tenía un pH = 7,3. La misma sal tenía un punto de fusión de 142,8°C. La sal puede considerarse como sal de 303-6. - - - - -

Unos 40 gramos de la sal polimérica se introdujeron en un tubo de polímero "D" de vidrio con gruesas paredes. Entonces se estranguló el cuello del tubo para cerrarlo y se purgó 5 veces de aire por evacuación y llenado con nitrógeno. Finalmente, el tubo se calentó en un bloque de aluminio durante 2 horas a 200°C. Después de enfriar, se rompió la punta del tubo y la porción restante se dobló con un ángulo de 45° por calentamiento y luego se conectó a un colector y se purgó de aire con ciclos de nitrógeno-vacío. Los tubos se calentaron a 222°C bajo nitrógeno a presión atmosférica durante 6 horas utilizando baños de vapor de salicilato de metilo. Con el enfriamiento, los tubos se rompieron y el tapón polimérico se trituró a trozos de un tamaño de 1/8" (aprox., 3,1 mm). Los polímeros resultantes tenían viscosidades inherentes del orden de 0,82 a 0,93 en una disolución de metacresol. Uno de los polímeros tuvo un punto de fusión de 210°C. - - - - -

2. Mezclado con fusión de polímeros

Se introdujeron cantidades adecuadas de polímero 303-6 y de nylon-6 secos en un gran tubo de ensayo que tenía dos aberturas en el tapón de caucho. Las aberturas eran para un agitador helicoidal y una entrada de nitrógeno. El recipiente se purgó de aire. Después de llenar el recipiente con nitrógeno, se calentó utilizando un baño adecuado de líquido-vapor. La mezcla de los dos polímeros se agitó con el agitador helicoidal movido por un motor de aire durante el tiempo requerido. Antes de dejar que el polímero fundido se enfriara, el agitador se levantó para drenar el polímero. Después de la solidificación, el material se rompió y se secó para la hilatura. - - - - -

3. Hilatura y estiraje del polímero

Después de la mencionada mezcla con fusión el polímero se introdujo en un aparato de microhilatura compuesto por tubo de acero inoxidable (diámetro exterior 5/8" x 12" - aprox., 16 mm x 305 mm) con un capilar de 0,037" (aprox., 0,94 mm). El tubo se calentó con un baño de vapor a la temperatura compatible con el polímero. De manera general, se calentó a unos 245°C. Se hizo pasar nitrógeno a través del polímero hasta que el polímero se fundió y se cerró el tubo capilar. Después de que el polímero se hubo fundido completamente y de que se hubo alcanzado una temperatura uniforme (unos 30 minutos), se aumentó la presión de nitrógeno en unas 30-50 psig (aprox., 2,1-3,5 kg/cm²) (según la viscosidad del

polímero fundido) para extruir el polímero. - - - - -

- La fibra, cuando dejó el tubo, se estiró en una serie de rodillos y se bobinó en una bobina. El primer rodillo o rodillo de alimentación se desplazaba a 35 pies/min (aprox., 10,5 m/min). El filamento se arrolló 5 veces alrededor de ésta. Después de cruzar una tubería caliente mantenida a unos 50°C, el filamento se arrolló alrededor del segundo rodillo o rodillo de estiraje (5 veces) cuya velocidad variaba según la relación de estiraje requerida (130-175 pies/min - aprox., 39-52,5 m/min). A diferencia de lo que sucede con los rodillos comerciales de estiraje, la fibra tendía a desgastarse, esto es, la fibra saliente rozaba contra la fibra entrante. Esto hizo difícil la obtención de relaciones de estiraje superiores. El tercer rodillo tenía una bobina que podía extraerse y que era accionada a una velocidad ligeramente inferior que el rodillo de estiraje. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.

- La relación de estiraje indica la relación de la velocidad del segundo rodillo o rodillo de estiraje con respecto a la velocidad del primer rodillo o rodillo de alimentación. Así, si el segundo rodillo estaba desplazándose a 175 pies por minuto (aprox., 52,5 m/min) y el primer rodillo a 35 pies por minuto (aprox., 10,5 m/min), la relación de estiraje era 5 (175/35). Esta diferencia de velocidades de los rodillos estira la fibra. El estiraje orienta las moléculas, es decir que las coloca en un solo plano que corre en la misma dirección que la fibra. - - - - -
- 20.
- 25.

4. Resultados de ensayos y operaciones comparativas

5. La Tabla I anexa indica el efecto de la temperatura del mezclado confusión y del tiempo sobre varios copolímeros de bloques que tienen proporciones diferentes de poli(oxa-amida) y poliamida. Se indican también resultados comparativos con copolímeros alternantes (operaciones 12-15), nylon-6 (operación 1) y algodón (operación 2). - - - - -

10. La comparación de las operaciones 5, 6 y 7 indica que a 20% de 303-6 en 303-6/6 un aumento del tiempo de mezclado disminuye el punto de fusión del polímero resultante. Esto indica una disminución de la cantidad de "bloques" e indica además un aumento de la cantidad de "alternancias". - - -

15. La comparación de las operaciones 7, 8 y 9 indica que con un porcentaje constante de 303-6 en 303-6/6 y con un tiempo de mezclado constante, a medida que aumenta la temperatura de mezclado, tienen lugar disminuciones substanciales de la viscosidad inherente y del punto de fusión del polímero. Esta disminución de viscosidad inherente refleja la descomposición de la macromolécula cuando el tiempo de mezclado es excesivo. - - - - -

20. La comparación de la operación 12 con las operaciones 5, 6 y 7 demuestra la diferencia entre copolímeros de bloques y alternantes. Así, el copolímero alternante de la operación 12 tiene un punto de fusión en fibra de 190°C que es substancialmente inferior a los 218°C del copolímero de

25.

bloques de la operación 5. Así, cuando disminuye la longitud del copolímero "de bloques" o aumenta el grado de "alternancia", como en las operaciones 6 y 7, disminuye el punto de fusión en fibra. - - - - -

5. La resistencia a la tracción, el alargamiento (alargamiento de ruptura) y el módulo inicial (módulo textil) y los métodos para obtener tales valores se definen y describen en Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 2ª ed., Vol. 20, "Textile Testing". - - - - -

10. La Tabla II anexa indica la ganancia de humedad del 303-6/6 de bloques, del nylon-6 y del algodón. La comparación de las operaciones 3 y 1 indica que la incorporación del 20% de 303-6 en nylon-6 mejora substancialmente la ganancia de humedad del nylon-6. - - - - -

15. La "ganancia de humedad" significa la cantidad de humedad que una muestra seca de fibras capta o absorbe en una atmósfera de humedad relativa constante. La medida de esta propiedad se realizó utilizando una serie de cámaras de humedad preparadas con desecadores que contenían disoluciones salinas saturadas adecuadas (es decir NaNO_2 -65%, NaCl -75%, KCl -85%, Na_2SO_3 -95%). - - - - -

20. Para determinar la ganancia de humedad se secó primero una muestra de la fibra en un desecador al vacío sobre P_2O_5 . Después de obtener un peso constante, la muestra se colocó en una de las cámaras apropiadas. La cámara se evacuó

25.

entonces para acelerar el equilibrio. La fibra permaneció en la cámara hasta que se obtuvo un peso constante. El aumento de peso de la muestra sobre la muestra secada era la cantidad de humedad ganada. - - - - -

5. La siguiente Tabla III indica el efecto de la ebullición sobre la ganancia de humedad del nylon-6, del 303-6/6 de bloques y del 303-6/6 alternante. Los datos indican que la ebullición aumenta la ganancia de humedad de ambos 303-6/6. Los datos indican también que la ebullición tiene influencias diferentes en la cantidad de aumento de ganancia de humedad según si el polímero es de bloques o alternante. - - - - -

10. La "ebullición" significa la colocación de la fibra en agua hirviente durante un tiempo específico. Luego se determina la pérdida de peso. Además, después del proceso descrito para determinar la ganancia de humedad se determinó también el aumento incremental en porcentaje de ganancia de humedad al 65% de humedad relativa. La ebullición puede considerarse como similar a un tratamiento con tinte. - - - - -

15. El significado del aumento de la ganancia de humedad como resultado de la ebullición se comprenderá mejor por medio de la siguiente explicación: Colocando la fibra en agua hirviente, algunas partes de la fibra se relajan. Así, las secciones amorfas orientadas tienden a abrirse. La ebullición acelera la relajación de este estado no natural. Esta apertura permite que la fibra absorba más humedad de lo que sería capaz en otras condiciones. El calentamiento de la
- 20.
- 25.

fibra, por medios distintos que su disposición en agua hir-
viente, relajará también la fibra. - - - - -

5. Se obtienen resultados análogos cuando se utilizan
nylon-6,6, nylon-6,10, nylon-11, MXD-6 y PACM-12 en vez de
nylon-6 en la etapa (2) de mezclado con fusión de los políme-
ros. También se obtienen resultados análogos cuando el ácido
adípico de la etapa (1) se substituye por uno de los siguien-
tes ácidos: oxálico, succínico, pimélico, oxelaico y alfa,be-
ta-dietilsuccínico. - - - - -

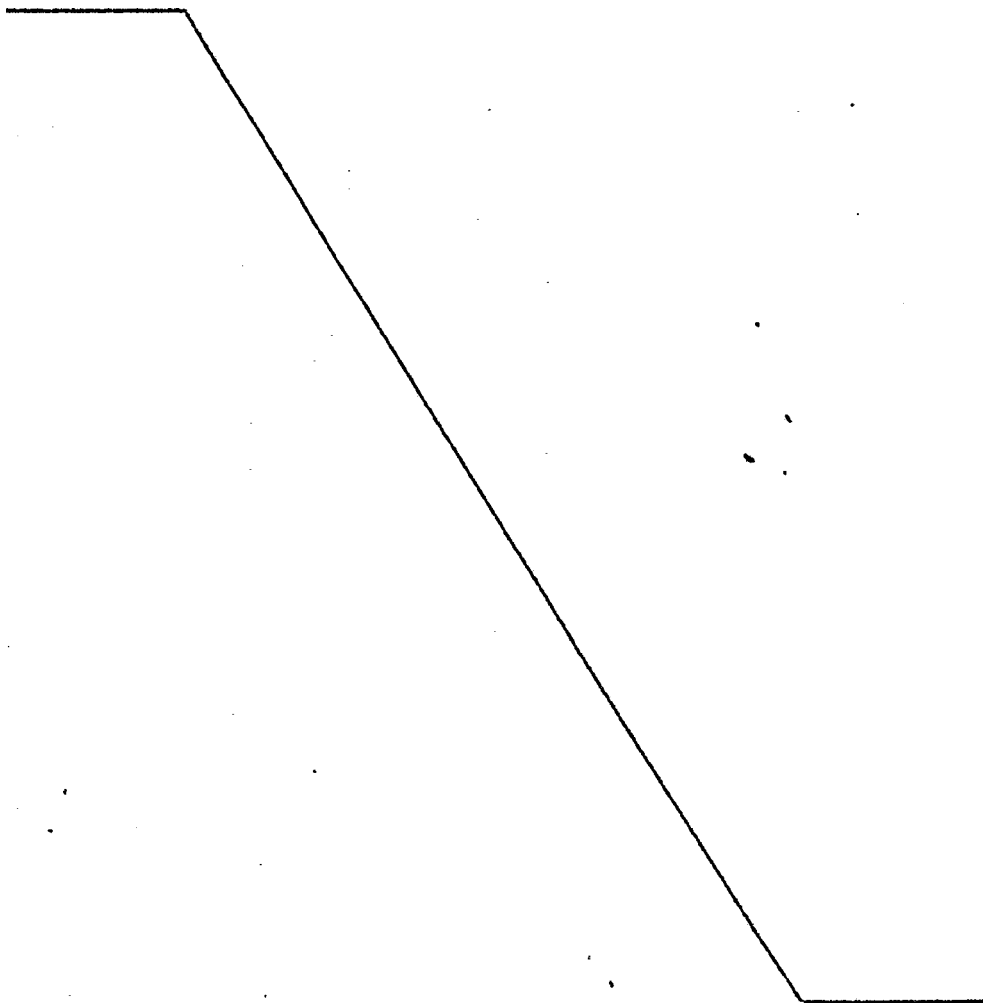


TABLA I

Efecto del mezclado con fusión sobre las propiedades de copolímeros de bloques de poli(oxa-amida) y poliamida (303-6/6)

Operación	Material	Porcentaje en el material de 303-6		Mezclado		Puntos de fusión		Resistencia a la tracción (b)	Alargamiento (b)	Módulo inicial (b)	Garancia de humedad (c)
		Temp. °C	Minutos	Polímero	Fibra						
1	nylon-6	n.a.	n.a.	1,10	219	219	3,7	45	11,5	4,1	
2	algodón	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	-	-	-	7,6	
<u>BLOQUES(a)</u>											
3	303-6/6	10	15	1,28	219	-	3,2	54	8,8	3,9	
4	"	"	180	1,19	211	206	3,0	56	13,0	3,5	
5	"	20	15	1,23	220	218	3,3	47	14,5	3,5	
6	"	"	180	1,23	216	210	3,2	42	8,5	3,4	
7	"	"	360	1,15	203	202	3,2	47	6,5	5,1	
8	"	"	360	0,82	194	-	2,1	48	8,8	3,5	
9	"	"	360	0,66	192	-	0,87	39	5,5	3,7	
10	"	30	15	1,2	220	-	3,4	59	7,0	3,2	
11	"	30	180	1,1	205	-	2,6	60	6,5	3,8	
<u>ALTERNANTE(a)</u>											
12	303-6/6	20	n.a.	0,9	-	190	2,6	84	9,3	4,0	
13	"	25	"	0,9	-	181	2,3	86	6,3	3,7	
14	"	30	"	1,0	-	173	2,4	80	6,9	4,8	
15	"	50	"	-	-	-	-	NO SE HILO	-	-	

HR = humedad relativa

n.a. = no aplicable

(a) Sin ebullición

(b) Relación de estiraje 3,7 HR ambiente, pero no se observaron diferencias importantes a varias HR; 40 monofilamentos retorcidos conjuntamente.

(c) A 65% de humedad relativa.

TABLA II

Ganancia de humedad de copolímero de poliámida y poli(oxa-amida) (303-6/6, monofilamento, después de ebullición)

<u>Operación</u>	<u>Material</u>	<u>Porcentaje de 303-6 en el material</u>	<u>Ganancia de humedad</u>			
			<u>HR 95%(a)</u>	<u>HR 85%(a)</u>	<u>HR 75%(a)</u>	<u>HR 65%(a)</u>
1	Nylon-6	n.a.	7,6	5,8	4,5	4,1
2	Algodón	n.a.	14,5	11,8	9,5	7,6
3	303-6/6 (b) (BLOQUES)	20	10,4	8,6	6,7	4,4

n.a. = no aplicable

(a) HR % = porcentaje de humedad relativa

(b) Mezclado con fusión a 283°C durante 30 minutos, relación de estiraje 3,7.

TABLA III

Efecto de la ebullición sobre la ganancia de humedad

<u>Operación</u>	<u>Material</u>	<u>Porcentaje de 303-6 en el material</u>	<u>Condiciones del mezclado</u>		<u>Aumento en % de ga- nancia de humedad, debido a la ebullición</u>
			<u>Temp. 9C</u>	<u>Tiempo, min</u>	
1	Nylon-6	-	-	-	0,5
2	303-6/6 (BLOQUES)	20	282	360	1,0
3	303-6/6 (ALTERNANTE)*	20	n.a.	n.a.	1,3

n.a. = no aplicable

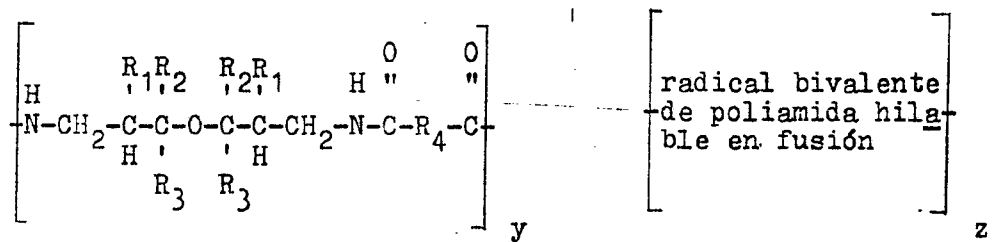
* Preparado por condensación de caprolactama y sal de 303-6.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España,
sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

5. 1.- Perfeccionamientos en los procedimientos relativos a copolímeros de bloques, y más particularmente en los procedimientos para preparar copolímeros de bloques, caracterizado por copolimerizar poliamida y poli(oxa-amida), actuándose de modo que el copolímero tenga un peso molecular de unos 5.000-100.000 y la siguiente fórmula estructural repetitiva: -



en la cual - - - - -

12. R_1, R_2 y R_3 se eligen del grupo compuesto por H, alquilos con C_1-C_{10} e isoalquilos con C_3-C_{10} , - - - - -

R_4 se elige del grupo compuesto por alquilenos con C_0-C_{10} e isoalquilenos con C_3-C_{10} , - - - - -

y = 2-100 - - - - -

z = 2-150. - - - - -

5. 2.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque se actúa de forma que el copolímero sea hidrófilo. - - - - -

3.- Perfeccionamientos según la reivindicación 2, caracterizados porque el copolímero tiene una ganancia porcentual de humedad de por lo menos 4% a una humedad relativa de 65%. - - - - -

10. 4.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la poliamida de radical bivalente se elige del grupo compuesto por nylon-6, nylon-6,6 y PACM-12. -

15. 5.- Perfeccionamientos según la reivindicación 4, caracterizados porque se actúa de forma que el copolímero sea hidrófilo. - - - - -

6.- Perfeccionamientos según la reivindicación 5, caracterizados porque el copolímero tiene una ganancia porcentual de humedad de por lo menos 4% a una humedad relativa de 65%. - - - - -

20. 7.- Perfeccionamientos según la reivindicación 6, caracterizados porque la poliamida de radical bivalente se elige del grupo compuesto por nylon-6, nylon-6,6 y PACM-12. -

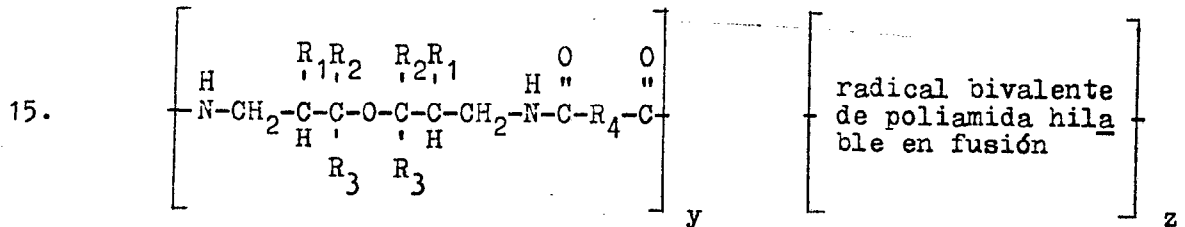
8.- Perfeccionamientos según la reivindicación 7,

caracterizados porque se actúa de forma que R_1 , R_2 y R_3 sean H y que R_4 sea alquileo con C_1-C_{10} . - - - - -

5. 9.- Perfeccionamientos según la reivindicación 8, caracterizados porque el copolímero tiene una ganancia porcentual de humedad de por lo menos 4% a una humedad relativa de 65%. - - - - -

10.- Perfeccionamientos según la reivindicación 8, caracterizados porque R_4 es un alquileo con C_2 . - - - - -

10. 11.- Perfeccionamientos en los procedimientos del tipo general enunciado en la reivindicación 1, caracterizado porque, para la fabricación de textiles, un copolímero de bloques, que tiene un peso molecular de unos 5.000-100.000 y la siguiente fórmula estructural repetitiva: - - - - -



en la cual - - - - -

R_1 , R_2 y R_3 se eligen del grupo compuesto por H, alquilos con C_1-C_{10} e isoalquilos con C_3-C_{10} , - - - - -

20. R_4 se elige del grupo compuesto por alquilenos con C_0-C_{10} e isoalquilenos con C_3-C_{10} , - - - - -

e -----

y = 2-100 -----

z = 2-150, -----

5. se trata adecuadamente, con o sin otros materiales textiles, para dar un miembro del grupo que comprende fibras, monofilamentos, hilados, géneros tejidos y géneros no tejidos. ---

12.- Perfeccionamientos según la reivindicación 11, caracterizados porque el copolímero se hila para fabricar una fibra. -----

10. 13.- Perfeccionamientos según la reivindicación 11, caracterizados porque el copolímero se hila en fusión para fabricar una fibra. -----

15. 14.- Perfeccionamientos según la reivindicación 11, caracterizados porque el copolímero se extruye para fabricar un monofilamento. -----

15.- Perfeccionamientos según cualquiera de las reivindicaciones 12-14, caracterizados porque la fibra o monofilamento se retuerce para fabricar un hilado. -----

20. 16.- Perfeccionamientos según la reivindicación 15, caracterizados porque el hilado se teje o tricota para fabricar un tejido. -----

17.- Perfeccionamientos según la reivindicación 11,

caracterizados porque el copolímero se estratifica para fabricar un material no tejido. - - - - -

18.- "PERFECCIONAMIENTOS EN LOS PROCEDIMIENTOS RELATIVOS A COPOLIMEROS DE BLOQUES". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintisiete hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 13 NOV. 1974
P.A. M. CURELL SUÑOL

