

434629

P.- 59.711

F 3012-K377

(Teijin)YE

11 MAR. 1975

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl.³: D06M

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de TEIJIN LIMITED

entidad japonesa

establecida en 11, 1-chome Minamihonmachi, Higashi-ku,
Osaka, Japón.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA TRATAR FIBRAS SINTETICAS"

(Clase Internacional D06M)

Esta invención se refiere a un agente de tratamiento para fibras sintéticas para uso como relleno o enguatado, a un procedimiento para tratar dichas fibras sintéticas con dicho agente de tratamiento, y a fibras sintéticas para relleno obtenidas por tratamiento con dicho agente de tratamiento. Más específicamente, la invención se refiere a un agente de tratamiento para fibras sintéticas de relleno, que tienen propiedades superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibilidad, tacto suave similar al acolchado de plumas, y adaptabilidad al cuerpo, a un procedimiento para tratar dichas fibras sintéticas con dicho agente de tratamiento, y a las fibras sintéticas de relleno obtenidas por tratamiento con dicho agente de tratamiento.

El algodón y las plumas han sido los principales materiales de relleno convencionales para edredones o similares, y debido a las propiedades especialmente superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibilidad y tacto de las plumas, se han utilizado como artículos de lujo los edredones en los que se habían utilizado plumas como relleno.

En los últimos años, este relleno ha sido reemplazado por las fibras sintéticas, tales como fibras de poliéster o fibras de polipropileno. Sin embargo, los materiales de relleno compuestos de tales fibras sintéticas tienen unas propiedades inferiores de elasticidad a la compresión, blan-

dura o suavidad, flexibilidad y tacto que las de las plumas, y presentan una peor adaptabilidad al cuerpo cuando se utilizan en los edredones.

5 Se ha intentado producir edredones de lujo, con buena elasticidad a la compresión y tacto suave, cambiando la disposición de las fibras del relleno a base de fibras sintéticas. Por ejemplo, se intentó utilizar fibras sintéticas en forma de mechas o agrupaciones de filamentos en lugar de fibras cortas. Sin embargo, este método propuesto no
10 dá como resultado un cambio sustancial de las propiedades de las fibras, y los edredones obtenidos no son comparables a los edredones o acolchados de pluma, aunque muestran mejores propiedades de elasticidad a la compresión, flexibilidad y tacto que los edredones que utilizan los rellenos
15 de fibras sintéticas convencionales en forma de fibra corta. Además, este método tiene otro defecto que consiste en que, como las fibras se utilizan en forma de agrupación de filamentos, los métodos convencionales para la producción de edredones no pueden aplicarse como tales.

20 Sin que sea una solución eficaz y decisiva del problema, la práctica actual es utilizar rellenos de fibras sintéticas tratados con un agente de tratamiento, compuesto, principalmente, por un agente tensioactivo. Por ejemplo,
25 la solicitud de patente japonesa número 67592/73, sometida a examen público, describe un agente de tratamiento compues-

to por un 80 a 60% en peso de una sal de potasio de un compuesto de adición o aducto de un éter laurilfosfórico y óxido de etileno (2 moles) y de 40 a 20% en peso de un copolímero al azar de propilenglicol-óxido de etileno, que tiene un peso molecular de 24.000, en el que 5 moles de óxido de etileno se adicionan a un mol de propilenglicol. Los rellenos de fibras sintéticas tratados con este agente de tratamiento no pueden poseer una elasticidad a la compresión, una flexibilidad y un tacto similares a los de las plumas.

10 Por lo tanto, la sociedad solicitante ha intentado tratar fibras sintéticas para relleno, con los agentes de tratamiento para las fibras textiles sintéticas, que habían sido propuestos previamente con el fin de comunicar a las
15 fibras sintéticas una suavidad o blandura y una flexibilidad similares a las de las fibras animales, tales como la alpaca, y el mohair. Por ejemplo, la sociedad solicitante ha utilizado el agente de tratamiento descrito en la patente
20 de Estados Unidos número 3.655.420, de Robert L.Tichenor, que es una mezcla de aproximadamente 0,3 a 20 partes en peso de un epoxisiloxano líquido y una parte en peso de un compuesto de amina que contiene, por lo menos, dos grupos amino por molécula y no más de un anillo aromático directamente unido al átomo de nitrógeno.

25 Aunque esta mezcla comunica unas propiedades superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura

y flexibilidad a las fibras sintéticas, tiene el grave defecto de que, debido a su fuerte actividad, esta mezcla tiene una escasa estabilidad al almacenamiento; cuando se deja estar en forma de emulsión, experimenta gradualmente una reticulación a la temperatura ambiente y, al cabo de 2 ó 3 días, queda degenerada. Cuando este agente de tratamiento se utiliza cíclicamente, no asegura un tratamiento uniforme, debido a la reticulación que se produce a una temperatura elevada durante la operación, y el agente de tratamiento reticulado se adhiere con frecuencia firmemente a los cilindros u otros dispositivos de tratamiento, haciendo necesario interrumpir con frecuencia la operación.

Por consiguiente, un objeto principal de la invención es proporcionar un agente de tratamiento para fibras sintéticas que proporcione rellenos de fibras sintéticas que tengan propiedades superiores, tales como elasticidad a la compresión, suavidad, flexibilidad, tacto suave y adaptabilidad al cuerpo.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento para tratar fibras sintéticas de relleno, utilizando dicho agente de tratamiento.

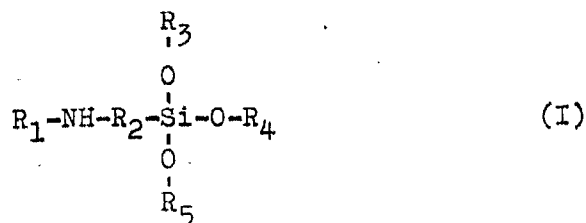
Todavía otro objeto de esta invención es proporcionar fibras sintéticas de relleno tratadas con el agente de tratamiento anterior y que tengan propiedades superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibi-

lidad, tacto y adaptabilidad al cuerpo, que proporcionen edredones comparables a los edredones de plumas.

Un objeto adicional de esta invención es proporcionar edredones que tengan las propiedades superiores anteriormente mencionadas.

Otros objetos de esta invención, junto con sus características y ventajas, resultarán evidentes de la siguiente descripción.

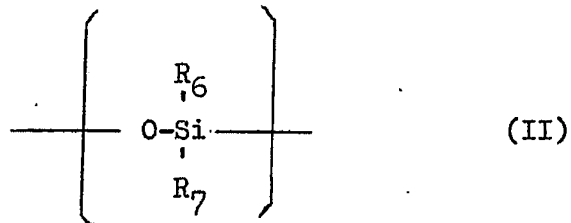
De acuerdo con esta invención, se proporciona, primeramente, un agente de tratamiento para fibras sintéticas de relleno que comprende (a) 1 parte en peso de un aminosilano de la fórmula siguiente:



en la que R_1 es un átomo de hidrógeno, un grupo alcohol que contiene de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo fenilo, R_2 es un grupo alchileno que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, y R_3 , R_4 y R_5 , independientemente uno del otro, representan un grupo alcohol que contiene de 1 a 4 átomos de carbono y (b) de 1 a 20 partes en peso de epoxisiloxano que contiene, por lo menos, una unidad estructural de la

fórmula

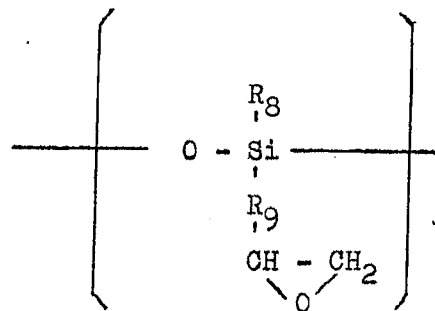
5



en la que R_6 y R_7 , independientemente uno del otro, representan un grupo alcoholo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono y, por lo menos, dos unidades estructurales de la fórmula

10

15



en la que R_8 es un grupo alcoholo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono o el grupo $-\text{R}_9-\text{CH}-\text{CH}_2$, siendo R_9 un grupo

20

alcoholeno que tiene de 2 a 5 átomos de carbono o un grupo arileno, sustituido o no sustituido, que contiene de 6 a 10 átomos de carbono.

25

El agente de tratamiento anterior tiene un efecto que reduce marcadamente el coeficiente de fricción de las fibras sintéticas para relleno, y da rellenos de fibras sin-

téticas que tienen unas propiedades superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibilidad, tacto y adaptabilidad al cuerpo, comparables, o superiores, a las de los acolchados de plumas.

En el aminoxilano de la fórmula (I), los grupos alcoholilo y alcoholileno pueden ser de cadena recta o de cadena ramificada, y pueden incluir, por ejemplo, grupos metilo, etilo, n-propilo o iso-propilo, n-butilo, iso-butilo o ter-butilo, metileno, etileno, n-propileno o isopropileno, y
10 n-butileno, iso-butileno o ter-butileno. Se prefieren, especialmente, los grupos metilo y etilo como grupo alcoholilo, y se prefieren, especialmente, los grupos etileno y propileno como grupo alcoholileno.

Algunos de los aminosilanos de la fórmula (A) utilizados en esta invención son compuestos conocidos e incluso los nuevos aminosilanos de la fórmula anterior, pueden prepararse de una manera muy similar a los métodos para la
15 preparación de los aminosilanos conocidos.

Los aminosilanos adecuados incluyen, por ejemplo,
20 aminometiltrimetoxisilano,
 β -aminoetiltrimetoxisilano,
 β -aminoetiltri-etoxisilano,
 γ -aminopropiltrimetoxisilano,
 γ -aminopropiltri-etoxisilano
25 δ -aminobutiltri-etoxisilano,

β -metilaminoetiltriétoxisilano

β -etilaminoetiltriétoxisilano,

γ -metilaminopropiltrimetoxisilano,

δ -propilaminopropiltriétoxisilano,

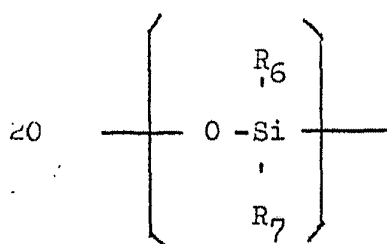
δ -etilaminobutiltriétoxisilano,

γ -fenilaminopropiltrimetoxisilano y

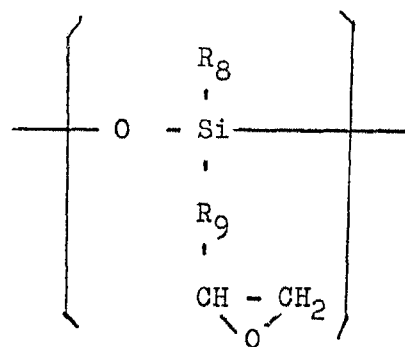
γ -fenilaminopropiltriétoxisilano.

De estos, se prefieren el γ -aminopropiltriétoxi-
silano $\left[\text{H}_2\text{NC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3 \right]$, el γ -aminopropiltrimetoxisilano
10 $\left[\text{H}_2\text{NC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \right]$, el β -metilaminoetiltriétoxisilano
 $\left[\text{CH}_3\text{NHC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3 \right]$ y el γ -fenilaminopropiltrimetoxi-
silano $\left[\text{Ph-NHC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \right]$. Entre ellos, se prefiere,
especialmente, el γ -aminopropiltriétoxisilano.

En el agente de tratamiento de esta invención, se
15 utiliza un epoxisilano que tiene las unidades recurrentes si-
guientes:



y



25

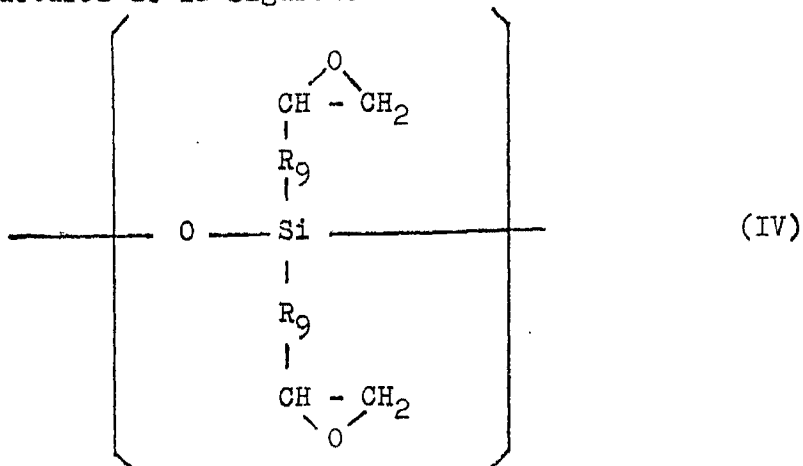
(II)

(III)

en combinación con el aminosilano de la fórmula (I). En las fórmulas anteriores, los grupos alcohol representados por R_6 , R_7 y R_8 , tienen de 1 a 3 átomos de carbono y pueden ser de cadena recta o de cadena ramificada. Los grupos alcohol incluyen grupos metilo, etilo y n-propilo o iso-propilo, de los cuales es especialmente adecuado un grupo metilo. El grupo alcohol representado por R_9 , puede ser de cadena recta o de cadena ramificada, y contiene de 2 a 5 átomos de carbono. Por ejemplo, incluye grupos etileno, propileno, butileno y pentileno, de los que se prefieren, especialmente, los grupos etileno y propileno. R_9 puede ser, también un grupo arileno, por ejemplo, grupos fenileno y naftileno.

El grupo R_8 puede representar, también, el grupo $-R_9-CH-O-CH_2$. Esto significa que el epoxisiloxano utilizado

en esta invención puede contener, también, una unidad estructural de la siguiente fórmula



El epoxisiloxano que puede utilizarse en esta invención necesita contener, una por lo menos, de cada una de las unidades recurrentes de las fórmulas (II) y (III), preferiblemente, por lo menos, 35 y, más preferiblemente, de 100 a 600, de tales unidades en total, y dos, de ellas por lo menos, preferiblemente de 4 a 20, deben ser unidades recurrentes de la fórmula (II).

Usualmente, las unidades recurrentes (II) y (III) y/o (IV) pueden estar presentes al azar en el epoxisiloxano, pero también pueden estar presentes en forma de bloque. Una pequeña cantidad de otra unidad recurrente puede estar presente en él, en tanto no haga variar considerablemente las propiedades básicas del epoxisiloxano. Los grupos terminales pueden ser, usualmente, grupos trialcohilsililo o hidroxialcohilsililo, pero también pueden ser grupos sin silicio. Cuando las moléculas forman un anillo, es también posible la ausencia de grupos terminales.

Deseablemente, el epoxisiloxano utilizado en el agente de tratamiento de la invención es líquido y tiene un peso molecular alto. Usualmente, es ventajoso utilizar epoxisiloxano que tengan una viscosidad a 25°C, de 1.000 a 100.000 centistokes, preferiblemente de 2.000 a 50.000 centistokes, y, más preferiblemente, de 3.000 a 20.000 centistokes.

Preferiblemente, los epoxisiloxanos utilizados en

esta invención contienen, por lo menos 0,6% en peso de grupos epoxi, basado en su peso total. El límite superior del contenido de grupos epoxi no es esencial, pero, usualmente, la cantidad de grupos epoxi es de 0,6 a 10% en peso, preferiblemente de 1 a 5% en peso, basado en el peso total del epoxisiloxano.

Se pueden utilizar en esta invención epoxisiloxanos en sí conocidos. Por ejemplo, son utilizables los epoxisiloxanos del tipo descrito en la memoria de patente de Estados Unidos 3.055.774.

Los epoxisiloxanos pueden ser solubles en agua o fácilmente dispersables en agua por razones de conveniencia de uso, pero, si se desea, se pueden utilizar en un disolvente orgánico o en ausencia de disolventes.

El epoxisiloxano descrito arriba puede ser utilizado en una proporción de 1 a 20 partes en peso, preferiblemente de 1 a 18 partes en peso, y, más preferiblemente, de 2 a 10 partes en peso, por parte en peso del aminosilano de la fórmula (I).

Adhiriendo el agente de tratamiento de esta invención a las fibras sintéticas de relleno, se pueden comunicar a las fibras sintéticas diversas características adecuadas para las finalidades de relleno, tales como propiedades superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibilidad, tacto y adaptabilidad al cuerpo.

Por consiguiente, de acuerdo con esta invención, se proporciona un procedimiento para tratar fibras sintéticas para relleno, que comprende aplicar un agente de tratamiento que comprende una parte en peso de un aminosiloxano de la fórmula anterior I y de 1 a 20 partes en peso de un epoxisiloxano que contiene, por lo menos, una unidad estructural de la fórmula anterior II y, por lo menos, dos unidades estructurales de la fórmula anterior (III) y/o (VI), a las fibras sintéticas para relleno y, seguidamente, tratar térmicamente las fibras.

10

La operación de adherir el agente de tratamiento de esta invención a las resinas sintéticas de relleno se puede efectuar por diversos métodos conocidos. El momento de la aplicación puede ser antes o después de una operación de estirado de las fibras sintéticas tal como están después de extruidas, antes o después de una operación de tratamiento de rizado u ondulación, antes o después de una operación para dar voluminosidad, antes o después de la operación de tratamiento térmico anterior, o antes o después de una operación de formación de fibra corta (cortado).

15

20

El agente de tratamiento se puede utilizar en forma de una solución en un disolvente orgánico, pero, usualmente, es ventajoso utilizarlo en forma de una dispersión acuosa, especialmente una emulsión acuosa. La concentración del aminosilano y del epoxisiloxano en dicha solución o

25

dispersión, puede variarse a lo largo de un amplio margen. La concentración adecuada es de 0,5 a 20% en peso, preferiblemente de 1 a 15% en peso, basada en el peso de la solución o dispersión. Debe entenderse que este margen de concentración, sin embargo, no es estrictamente esencial, sino que dependiendo del método de agitación, del tipo de fibras sintéticas, etc., se pueden utilizar también concentraciones fuera del margen anterior.

10 La aplicación del agente de tratamiento a las fibras sintéticas se puede efectuar por diversos medios, tales como por el método de inmersión, por un método de recubrimiento con cilindro untador, o por un método de pulverización. Esto da como resultado la adherencia o impregnación a las fibras sintéticas o en ellas, del agente de tratamiento de esta invención.

15

Las cantidades del aminosilano y del epoxisiloxano que han de aplicarse a las fibras, pueden variarse a lo largo de un amplio margen, de acuerdo con el efecto específico deseado. Generalmente, es adecuado aplicarlos en una cantidad total, basado en el peso en seco de las fibras de, por lo menos, 0,1% en peso. El límite superior no está fijado particularmente, pero el uso de cantidades demasiado grandes no logra un efecto correspondiente y no resulta económico. Usualmente, la cantidad total del aminosilano y del epoxisiloxano aplicada es, adecuadamente, no mayor de un 3%

25

en peso, preferiblemente de 0,2 a 1,5% en peso, más preferiblemente de 0,3 a 1,0% en peso, basada en el peso en seco de las fibras.

5 Cuando el agente de tratamiento de esta invención se utiliza en forma de una emulsión, se le puede mezclar un agente emulsificante o un agente antiestático, etc., con el fin de facilitar la dispersión de los componentes eficaces. Ejemplos de agentes emulsificantes y antiestáticos preferidos son los agentes tensioactivos aniónicos, tales como
10 los éteres polioxietilen-alcohol-arílicos, los éteres polioxietilen-alcohólicos, las alcoholamidas de polioxietilenosorbitán, el poli(alcohol vinílico), o sus análogos, o las sales alcoholfosfato de potasio; y los agentes tensioactivos catiónicos, tales como las sales de amonio cuaternario
15 (por ejemplo, el cloruro de estearil-dimetil-bencil-amonio), o el nitrato de estearilamida propil-dimetil-beta-hidroxi-etil-amonio.

Después de aplicar el agente de tratamiento de esta invención a las fibras, preferiblemente a una temperatura
20 no mayor de 50°C, las fibras se someten a tratamiento térmico para curar y reticular el aminosilano y el epoxisiloxano del agente de tratamiento sobre la superficie de las fibras. Esto comunica a las fibras unas propiedades notablemente
25 mejoradas de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibilidad, tacto y adaptabilidad al cuerpo. Este

tratamiento térmico mejora también, notablemente, la resistencia al lavado de las fibras. La temperatura de tratamiento varía de acuerdo con el tiempo del tratamiento y no puede ser determinada de manera inequívoca. Si la temperatura es demasiado baja, se requieren largos periodos de tiempo para efectuar el tratamiento térmico y el efecto obtenido no es suficiente. Por otra parte, si dicha temperatura es demasiado alta, se perjudican las propiedades de las fibras. Por lo tanto, generalmente, la temperatura de tratamiento térmico es de 100°C por lo menos, pero inferior al punto de fusión (o punto de reblandecimiento) de las fibras sintéticas, siendo especialmente adecuadas las temperaturas de 100 a 230°C. El tiempo de tratamiento térmico es de un segundo, por lo menos, y puede variarse a lo largo de un amplio margen, de acuerdo con la temperatura de tratamiento térmico. Cuando se utilizan temperaturas relativamente elevadas, es ventajoso interrumpir el tratamiento térmico al cabo de un corto periodo de tiempo que no sea causa de deterioro de las propiedades de las fibras. Cuando se utilizan fibras de (poli tereftalato de etileno), es adecuado un periodo de aproximadamente 10 minutos a 2 horas, a una temperatura de 110 a 170°C, siendo lo más adecuado un periodo de 1 segundo a 10 minutos, cuando la temperatura es de 170 a 230°C.

25 Cuando las fibras sintéticas tratadas mediante

esta invención, se utilizan como relleno, las fibras no necesitan ser rizadas. El tratamiento de rizado se puede realizar antes, durante o después del tratamiento de las fibras de acuerdo con esta invención. Se prefiere rizar las fibras sintéticas a las que el agente de tratamiento de esta invención ha sido aplicado, antes del tratamiento térmico de acuerdo con esta invención. Esto tiene la ventaja de que tanto el curado por calor del agente de tratamiento, como la fijación por calor de los rizos, se puede efectuar al mismo tiempo.

El tratamiento de rizado se puede realizar por diversos métodos, por ejemplo, por métodos de rizado mecánico, utilizando un dispositivo rizador por embutición, un dispositivo rizador por engranajes, etc. o métodos de formación latente de rizos, en los que los rizos se desarrollan por tratamiento térmico o por tratamiento químico.

Usualmente, las fibras así tratadas se cortan en trozos adecuados.

Alternativamente, el tratamiento de rizado puede efectuarse después del tratamiento de las fibras de acuerdo con el método de esta invención. Por el contrario, también es posible aplicar el agente de tratamiento de esta invención a las fibras obtenidas, rizando primeramente las fibras sintéticas y, después, si se desea, cortándolas.

No existe ninguna limitación particular sobre el

tipo de fibras sintéticas a las que se puede aplicar el agente de tratamiento y el método de tratamiento de esta invención, y son ejemplos de fibras sintéticas adecuadas las fibras sintéticas de poliéster, de poliamida, poliacrílicas y de poliolefinas. Son especialmente adecuadas las fibras de poliéster.

Por lo tanto, de acuerdo con esta invención, se obtienen fibras sintéticas recubiertas con un producto tratado por calor del aminosilano y del epoxisiloxano, las cuales tienen propiedades superiores de elasticidad a la compresión, flojedad y flexibilidad, y un tacto suave. Cuando estas fibras se utilizan como relleno de edredones, muestran un tacto suave como el de los edredones de plumas y proporcionan una buena adaptabilidad al cuerpo.

Las fibras sintéticas tratadas por el método de esta invención y rizadas y, opcionalmente, cortadas, pueden utilizarse como relleno o enguatado de edredones, almohadas u otros artículos acolchados, etc. Se ha encontrado que cuando las fibras sintéticas satisfacen las siguientes propiedades, se pueden proporcionar rellenos de calidad superior mediante la favorable interacción de las propiedades de las fibras y el tratamiento de esta invención:

25

$$\begin{aligned}
1,5 &\leq D \leq 10 \\
10D - 20 &\leq L \leq 10D + 60 \\
10 &\leq L \\
-3/4D + 10,0 &\leq C_N \leq -3/4D + 15,5 \\
15 &\leq C_N + C_D \leq 32
\end{aligned}$$

5 donde D es el título denier de las fibras sintéticas; L es la longitud de las fibras en mm, C_N es el número de rizos por 25 mm, y C_D es el porcentaje de rizado (%) (medido por el método descrito en la especificación JIS L-1074).

10 Las fibras sintéticas, especialmente las fibras de poliéster, que tienen las propiedades anteriores y que han sido tratadas con el agente de tratamiento de la invención, muestran no sólo unas propiedades superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibilidad, tacto y adaptabilidad al cuerpo, sino también todas las propiedades requeridas para los rellenos o enguatados, tales como un alto grado de propiedades de tacto agradables mediante el efecto sinérgico anterior.

15 El título denier (D) de las fibras es, preferiblemente de 1,5 a 10 denier con vistas a la voluminosidad del relleno y a sus propiedades de tacto agradable (por ejemplo, la aparición de botones o nudosidades en el tratamiento en cards). Si se considera la flexibilidad, el título denier de las fibras especialmente preferido es de 2 a 8 denier.

Cuando se prepara el relleno, se pueden utilizar fibras de diferentes títulos denier, así como del mismo título.

5 Si la longitud (L mm) de las fibras es demasiado corta, se reduce el entrelazamiento de las fibras en el momento de la producción de rellenos, y tiende a producirse la rotura del velo. Si ésta es demasiado larga, las fibras tienden a enrollarse alrededor de los cilindros de las cardas y a producir, también, botones o nudosidades. En otras palabras, se perjudican las propiedades de tacto agradable. 10 Por consiguiente, se prefiere que la longitud de las fibras sea:

$$10D - 20 \leq L \leq 10D + 60$$
$$10 \leq L,$$

15 siendo especialmente preferible

$$10D - 10 \leq L \leq 10D + 50$$
$$30 \leq L.$$

20 Como medida de las características de rizado, el número de rizos (C_N , número/25 mm) y el porcentaje de rizado (C_D , %) están preferiblemente dentro del margen siguiente:

25

$$-3/4D + 10,0 \leq C_N \leq -3/4D + 15,5$$
$$15 \leq C_N + C_D \leq 32$$

más preferiblemente dentro del margen siguiente:

$$\begin{aligned} -3/4D + 11,0 &\leq C_N \leq 3/4D + 14,5 \\ 18 &\leq C_N + C_D \leq 30. \end{aligned}$$

5

Si las propiedades de rizado u ondulación están por debajo de los límites inferiores de los márgenes anteriormente especificados, hay tendencia a que las propiedades de tacto agradable del relleno queden perjudicadas y si éstas exceden los límites superiores, hay tendencia a que se reduzca la suavidad o blandura del relleno. Estas características de rizado se pueden comunicar fácilmente, por ejemplo, mediante dispositivos rizadores por embutición convencionales.

El agente de tratamiento de esta invención puede aplicarse, igualmente, a las fibras sintéticas utilizadas como relleno en forma de agrupación de filamentos.

Las fibras sintéticas a las que se ha aplicado el agente de tratamiento de esta invención, y que, si se desea, han sido tratadas térmicamente y rizadas, poseen unas propiedades muy superiores de elasticidad a la compresión, blandura o suavidad, flexibilidad, tacto y adaptabilidad al cuerpo, y tienen un amplio margen de utilidad como material de relleno o de enguatado. Cuando, por ejemplo, se prepara un edredón utilizando estas fibras sintéticas, éste muestra unas propiedades superiores de tacto y adapta-

bilidad al cuerpo, comparables o superiores a las de los edredones de plumas. Si se fabrica una almohada o una prenda de abrigo utilizando estas fibras sintéticas, aquéllas se adaptan bien al cuerpo.

5

El agente de tratamiento de esta invención descrito anteriormente, proporciona fibras sintéticas para relleno que tienen unas propiedades superiores de elasticidad a la compresión, suavidad o blandura, flexibilidad, tacto y adaptabilidad al cuerpo, que no ha sido posible obtener con las fibras sintéticas convencionales, y pueden aplicarse no solamente para fines de relleno, sino, también, para otros campos de aplicación que requieran las características anteriores. Por consiguiente, el agente de tratamiento de esta invención ofrece una gran importancia comercial.

10

15

Los siguientes ejemplos ilustran adicionalmente la presente invención con mayor detalle. En los ejemplos, todas las partes son partes en peso, y todos los valores de la viscosidad se expresan en centistokes a 25°C. La elasticidad a la compresión, la suavidad o blandura, y la flexibilidad, se valoraron por los siguientes métodos:

20

Elasticidad a la compresión.

25

Esta es una importante característica para un material de relleno. Especialmente, en el caso de los edredones, la relación de compresión resulta una medida de la

adaptabilidad al cuerpo. Expresa la capacidad de deformación de las fibras frente al esfuerzo ejercido sobre la ropa de cama. Cuanto mayor sea la relación de compresión, más deformables son las fibras en un edredón.

5 La elasticidad a la compresión se valora de la manera siguiente:

Se prepara un velo tratando fibras brutas en una carda, y se prepara una muestra que tenga una forma cilíndrica, con un diámetro de 10 cm y un peso de 20 g. Sobre la muestra se coloca una carga ligera en forma de disco (0,5 g/cm²) y una carga pesada en forma de disco (9,5 g/cm²) y se deja que ejerzan compresión durante 10 minutos, después de lo cual se quitan las cargas pesada y ligera y se deja la muestra en reposo durante 2 horas. De nuevo se colocan sobre la muestra las cargas pesada y ligera y se dejan sobre ella durante 17 horas. Entonces se quitan las cargas pesada y ligera, y después de un lapso de 7 horas, se coloca sobre la muestra solamente la carga ligera. Se mide la altura (h_0) de la muestra en este momento. Se colocan de nuevo sobre la muestra las cargas pesada y ligera y se dejan sobre ella durante 17 horas. Se mide la altura (h_1) de la muestra en este momento. Seguidamente, se quitan las cargas pesada y ligera. Después de un lapso de 7 horas, se coloca sólo la carga ligera, y se mide la altura (h_2) de la muestra.

La relación de compresión (%) y la recuperación a la compresión (%) se calculan a partir de las siguientes ecuaciones

$$\text{Relación de compresión (\%)} = \frac{h_0 - h_1}{h_0} \times 100$$

$$\text{Recuperación a la compresión (\%)} = \frac{h_2 - h_1}{h_0 - h_1} \times 100$$

10 Con el fin de que el material de relleno proporcione un tacto suave y una adaptabilidad al cuerpo similar a los artículos acolchados con plumas, se prefiere que la relación de compresión sea de, por lo menos, un 70%, y que la recuperación a la compresión sea de, por lo menos, un 90%.

Suavidad o blandura.

15 La suavidad o blandura se valoran mediante el coeficiente de fricción estática (μ_s) entre fibra y fibra y mediante el coeficiente de fricción dinámica (μ_d) entre fibra y fibra, a una velocidad de 3 m/minuto, que se miden por el método de Roeder, a una temperatura de 20°C y a una
20 humedad relativa del 65%. Cuanto más pequeños sean los valores μ_s y μ_d , mejor es la suavidad o blandura. Preferiblemente, ambos valores de μ_s y μ_d , no serán mayores de 0,25.

Tacto

25 Para estimar el tacto del relleno de acuerdo con esta invención, se efectúa un ensayo sensorial. 2,0 kg de

fibras brutas extendidas por una carda, se colocan uniformemente en una bolsa de una tela de edredón, de un tamaño de 140 cm x 200 cm. El tacto se valora tanto a mano, como por adaptación al cuerpo.

5

Ejemplo 1.

Un poli(tereftalato de etileno) con una viscosidad intrínseca de 0,62, calculada a partir del valor medido en orto-clorofenol a 35°C, se sometió a hilatura en fusión. La agrupación de filamentos resultante, con un título denier total de 400.000 (una fibra individual tenía un denier de 6), se sumergió en un agente de tratamiento de cada una de las recetas indicadas en la Tabla 1, en forma de emulsión acuosa, se exprimió mediante un dispositivo rizador por embutición hasta una absorción de un 10%, y se secó a 90°C., durante 20 minutos. Seguidamente, la agrupación de filamentos se trató por calor a 140°C, durante 30 minutos, y se cortó en longitudes de fibra de 76 mm.

Las propiedades de las fibras obtenidas se muestran en la tabla 2. El número de rizos era de 7 por 25 mm y el porcentaje de rizado era de un 18% en todos los casos.

25

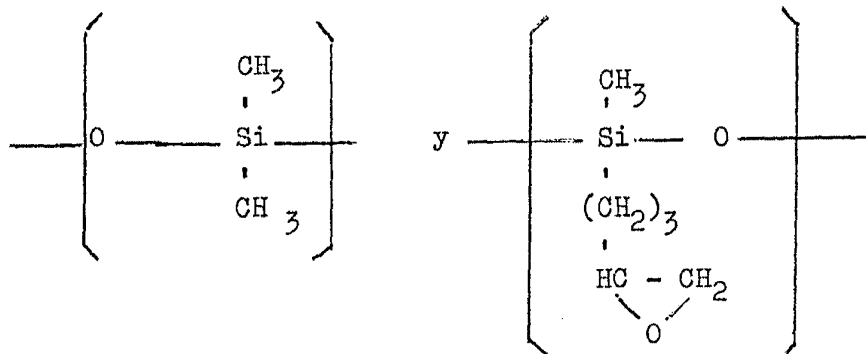
Tabla 1

	Composición	Agentes de tratamiento (partes)			
		A	B	C	D
5	γ -aminopropil-trietoxisilano	0,5			
	γ -aminopropil-trimetoxisilano		0,5		
	β -metilaminoetil-trietoxisilano			0,5	
10	γ -fenilaminopropil-trimetoxisilano				0,5
	Epoxisiloxano - (1)*	4,9	4,9	4,9	4,9
	Sal cetilfosfato potásico	1,1	1,1	1,1	1,1
	Polioxietileno (10 moles) α -nilfenol-éter	0,5	0,5	0,5	0,5
15	Agua	93,0	93,0	93,0	93,0

20

El epoxisiloxano -(1)* utilizado anteriormente consistía en unidades estructurales de las siguientes fórmulas:

25



5

y tenía una viscosidad de 6.000 centistokes a 25°C., un contenido de grupos epoxi de 1% en peso, siendo ambos extremos grupos trimetilsililo $[-\text{Si}(\text{CH}_3)_3]$.

10

Tabla 2

Agente de tratamiento	A	B	C	D
Suavidad o blandura				
μs	0,17	0,17	0,18	0,19
μd	0,16	0,17	0,17	0,20
Elasticidad a la compresión				
Relación de compresión	79	78	77	75
Recuperación a la compresión	99	99	97	95
Tacto	Muy similar al de los acolchados de plumas.			

15

20

25

Ejemplo comparativo 1

Una mezcla de 60% en peso de una sal potásica de un compuesto de adición de éter laurilfosfórico y óxido de etileno (2 moles) y un 40% en peso de un copolímero al azar de propilenglicol/óxido de etileno, que tenía un peso molecular medio de 24.000, en el que 5 moles de óxido de etileno se habían adicionado a 1 mol de propilenglicol, se preparó en forma de una emulsión acuosa al 2%. La misma agrupación de filamentos de poli(tereftalato de etileno) utilizado en el ejemplo 1, se sumergió en este agente de tratamiento, se exprimió mediante un dispositivo rizador por embutición hasta una absorción de un 10%, se trató por calor durante 2 horas a 140°C y, seguidamente, se cortó hasta una longitud de 76 mm. El número de rizos de las fibras resultantes era de 7 por cada 25 mm y el porcentaje de rizado era de un 19%. Las fibras así tratadas tenían las siguientes características:

	Suavidad o blandura μs	0,36
	μd	0,30
20	Elasticidad a la compresión	
	Relación de compresión	64%
	Recuperación a la compresión	88%
	Tacto	
25	Inferior al de los acolchados de plumas (tacto áspero o quebradizo).	

Ejemplo 2.

Se repitió el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, a excepción de que la viscosidad del epoxisiloxano utilizado en el agente de tratamiento A del Ejemplo 1, se varió como se indica en la Tabla 3. Los resultados obtenidos se muestran, también, en la Tabla 3.

Tabla 3.

Ensayo No.	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
Viscosidad del epoxisiloxano	500	1.000	3.000	8.000	10.000	100.00	150.000
Suavidad o blandura							
ms	0,23	0,19	0,17	0,18	0,19	0,19	0,24
μd	0,25	0,19	0,19	0,19	0,20	0,21	0,26
Elasticidad a la compresión							
Reducción de compresión (%)	68	74	80	78	77	73	68
Recuperación a la compresión (%)	88	93	97	98	97	92	87
Tacto	Inferior al de los artículos acolchados con plumas (áspero o quebradizo)	Similar al de los artículos acolchados con plumas				Inferior al de los artículos acolchados con plumas (áspero o quebradizo)	

De la Tabla 3 puede verse que los epoxisiloxanos que tienen una viscosidad de 1.000 a 10.000 centistokes, dieron resultados especialmente buenos.

Ejemplo 3.

Se repitió el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, a excepción de que el contenido de grupos epoxi del epoxisiloxano utilizado en el agente de tratamiento A del Ejemplo 1, se varió como se muestra en la Tabla 4. Los resultados se muestran, también, en la Tabla 4.

Tabla 4.

Ensayo número	3-1	3-2	3-3
Contenido de grupo epoxi (% en peso)	0,5	1,0	3,0
Suavidad o blandura			
μ s	0,24	0,16	0,17
μ d	0,25	0,16	0,16
Elasticidad a la compresión			
Relación de compresión (%)	66	80	79
Recuperación a la compresión (%)	87	98	97
Tacto	Inferior al de los acolchados de plumas (áspero o quebradizo)	Similar al de los acolchados de plumas	

Ejemplo 4.

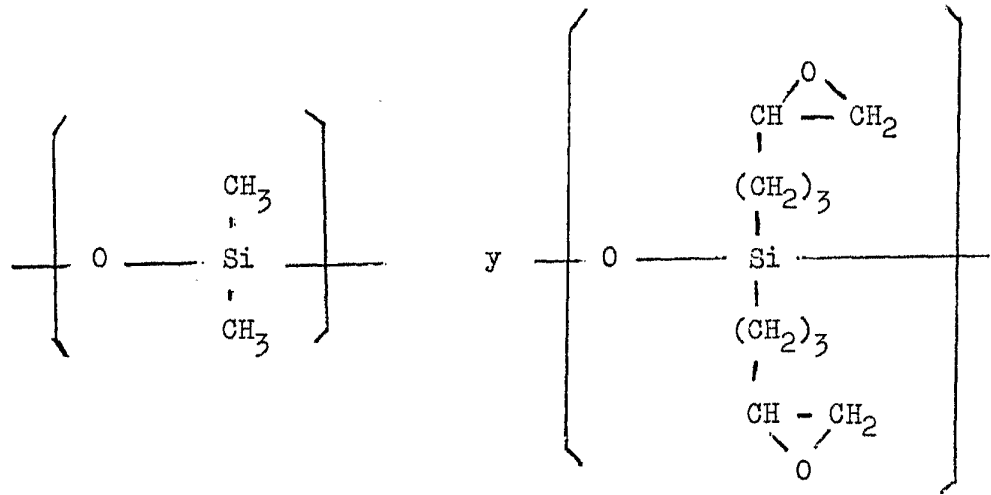
Se repitió el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, a excepción de que la relación entre el γ -aminopropil-trietoxisilano y el epoxisiloxano utilizado en el agente de tratamiento del Ejemplo 1, se varió como se muestra en la Tabla 5. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5.

Ensayo No.	4-1	4-2	4-3	4-4	4-5	4-6
Relación*	0,5	1	5	10	20	30
Suavidad o blandura μ s μ d	0,24 0,25	0,18 0,19	0,18 0,17	0,16 0,16	0,18 0,19	0,25 0,26
Elasticidad a la compresión						
Relación de compresión	65	73	79	80	75	68
Recuperación a la compresión	87	93	98	97	94	88
Tacto	Inferior al de los acolchados de plumas (áspero o quebradizo)	Similar al de los acolchados de plumas			Inferior al de los acolchados de plumas (áspero o quebradizo)	

* El peso en partes de epoxisiloxano por parte en peso del γ -aminopropil-trietoxisilano. Los otros componentes del agente de tratamiento fueron los mismos que en el Ejemplo 1.

5

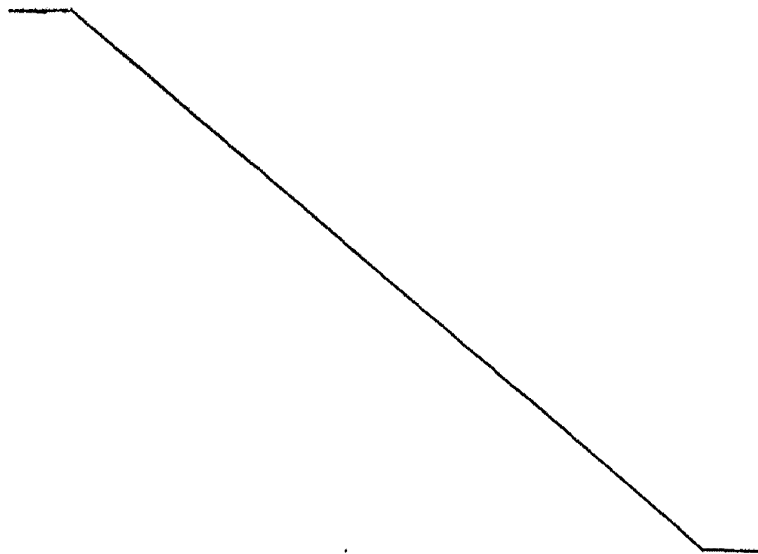


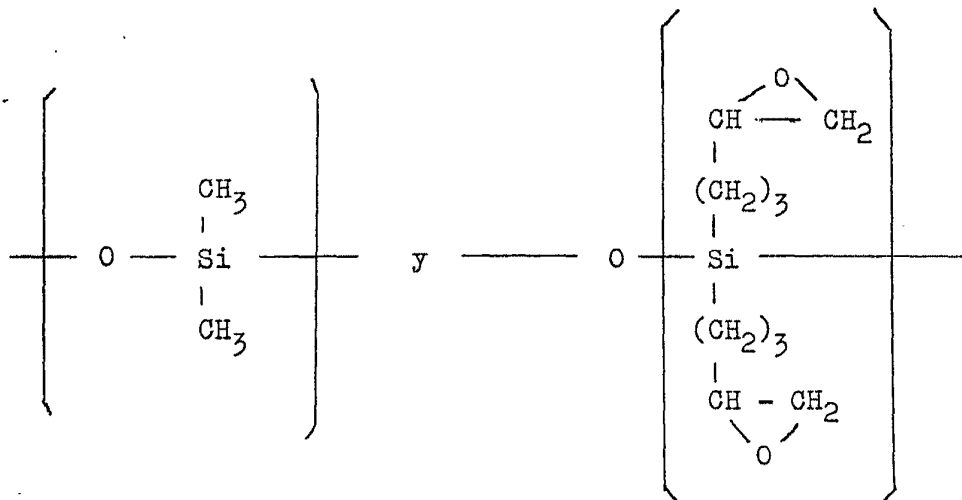
y que tenía una viscosidad de 10.000 centistokes a 25°C y un contenido de grupos epoxi de un 3% en peso, siendo ambos extremos grupos trimetilsililos $[-\text{Si}(\text{CH}_3)_3]$.

Los resultados se muestran en la Tabla 6 siguiente.

15

te.

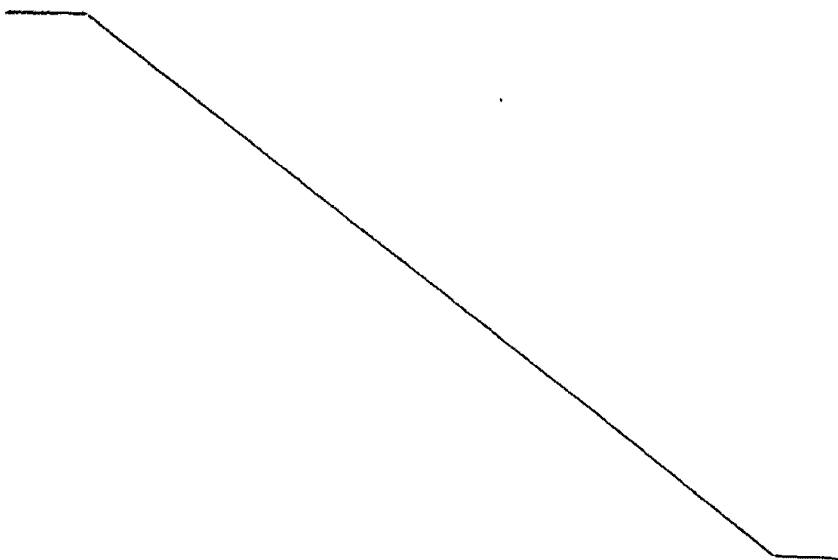




y que tenía una viscosidad de 10.000 centistokes a 25°C y un contenido de grupos epoxi de un 2% en peso, siendo ambos extremos grupos trimetilsililos $[-\text{Si}(\text{CH}_3)_3]$.

Los resultados se muestran en la Tabla 6 siguiente.

5



3-4-75

-33-

Tabla 6.

Ensayo Nº.	5-1	5-2
<u>Agentes de tratamiento</u>		
γ-aminopropil trietoxisilano	0,5	0,9
Epoxisiloxano-(2)	4,9	
Epoxisiloxano-(3)		4,5
Sal cetil-fosfato potásico	1,1	1,1
Polioxietileno (10 moles) nonil-fenol-éter	0,5	0,5
Agua	93,0	93,0
<u>Suavidad o blandura</u>		
μs	0,18	0,16
μd	0,19	0,17
<u>Elasticidad a la compresión</u>		
Relación de compresión	75	79
Recuperación a la compresión	94	96
Tacto	Similar al de los acolchados de plumas	

Ejemplo 6.

Un poli(tereftalato de etileno) que tenía una viscosidad intrínseca de 0,62 (calculada a partir del valor medido en orto-clorofenol a 35°C), se sometió a hilatura en fusión y se estiró para formar una agrupación de filamentos con un último denier total de 500.000 (cada fibra individual tenía un título denier de 3). La agrupación de filamentos se sumergió en una emulsión de la siguiente receta, se exprimó mediante un dispositivo rizador por embutición hasta una absorción de un 6%, se secó a 90°C durante 20 minutos y, seguidamente, se trató por calor a 140°C durante 30 minutos, y se cortó a una longitud de 56 mm.

El número de rizos de las fibras resultantes era de 9 por cada 25 mm, y el porcentaje de rizado era de un 15%. Las fibras tratadas tenían las siguientes propiedades.

Receta para el agente de tratamiento

γ-aminopropiltriétoxissilano	1,0 partes en peso
Epoxissilano (el mismo que en el Ejemplo 1)	6,6 " " "
Sal cetilfosfato potásico	1,6 " " "
Polioxi-etileno (10 moles) nonilfenol-éter	0,8 " " "
Agua	90 " " "

25

Propiedades de las fibras

	Suavidad o blandura	
	μs	0,17
5	μd	0,17
	Elasticidad a la compresión	
	Relación de compresión	82
	Recuperación a la compresión	92
10	Tacto	Similar al de los acolchados de plumas.

Ejemplo 7

Un poli(tereftalato de etileno) que tenía una viscosidad intrínseca, calculada a partir del valor medido en ortoclorofenol a 35°C, de 0,62, se sometió a hilatura de fusión, se estiró para formar una agrupación de filamentos que tenía un título denier total de 400.000, que consistía en fibras huecas, cada una de ellas con un título denier de 7 y un porcentaje de oquedad de un 13%. La agrupación de filamentos resultante se trató con el agente de tratamiento A del ejemplo 1, de la misma manera que en el Ejemplo 1. El número de rizos de las fibras resultantes era de 8 por cada 25 mm, y el porcentaje de rizado era de un 19%. Las fibras así tratadas tenían las siguientes características.

Suavidad o blandura

μ_s 0,16

μ_d 0,16

Elasticidad a la compresión

5 Relación de compresión 78

Recuperación a la compresión 98

Tacto Similar al de los acolchados de plumas.

10 Ejemplo 8

Un poli(tereftalato de etileno) que tenía una viscosidad intrínseca, calculada a partir del valor medido en ortoclorofenol a 35°C, de 0,65 y un copolímero de poli (tereftalato de etileno)/isofталato (10% en moles de ácido isoftálico copolimerizado en él) fueron sometidos a hilatura en fusión simultánea en una proporción en peso de 1:1, utilizando una hilera de tipo yuxtapuesto, y se estiraron hasta 3,3 veces la longitud original en agua caliente mantenida a 75°C, para formar una agrupación de filamentos con un título denier total de 80.000 (cada fibra individual tenía un título denier de 6,8). La agrupación de filamentos se trató por calor en estado relajado, en aire a 80°C, y se sumergió en el agente de tratamiento A del Ejemplo 1. Seguidamente, se exprimió mediante un dispositivo rizador por embutición hasta una absorción de un 12% y se secó a 80°C durante 30

15

20

25

minutos. Seguidamente, se trató por calor en estado relajado, a 160°C durante 30 minutos para producir rizos y, al mismo tiempo, fijarlos, cortando seguidamente la agrupación de filamentos a una longitud de fibra de 76 mm.

5 El número de rizos de las fibras resultantes era de 12 por cada 25 mm y el porcentaje de rizado era de un 19%. Las fibras tenían las siguientes características.

Suavidad o blandura

μ s 0,18

10

μ d 0,17

Elasticidad a la compresión

Relación de compresión 76

Recuperación a la compresión 98

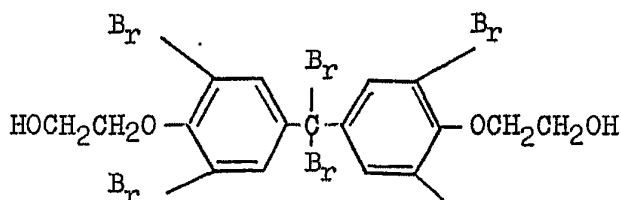
Tacto Similar al de los acolchados de plumas.

15

Ejemplo 9

Un poli(tereftalato de etileno) modificado que tenía una viscosidad intrínseca, calculada a partir del valor medido en ortoclorofenol a 35°C, de 0,55, y que contenía un 14% en peso de un agente retardador de la llama de la siguiente fórmula

20



se sometió a hilatura en fusión, y se estiró para formar una agrupación de filamentos con un título denier total de 400.000 (cada fibra individual tenía un título denier de 5,5). La agrupación de filamentos resultante se sumergió en el agente de tratamiento A del Ejemplo 1, se exprimió mediante un dispositivo rizador por embutición hasta una absorción de un 8% y, seguidamente, se sometió al mismo tratamiento que en el Ejemplo 1.

Las fibras resultantes dieron fibras de relleno que tenían un tacto suave similar al de los acolchados de plumas y un alto nivel de resistencia o retardo a la combustión.

	Suavidad o blandura	
15	μ s	0,18
	μ d	0,19
	Elasticidad a la compresión	
	Relación de compresión	74
	Recuperación a la compresión	98

20

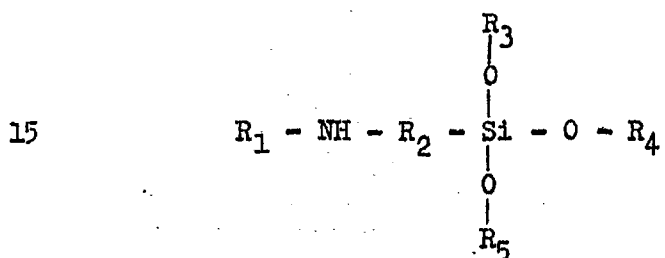
Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Japón, el 12 de Febrero de 1974, con el nº 16.312/74, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

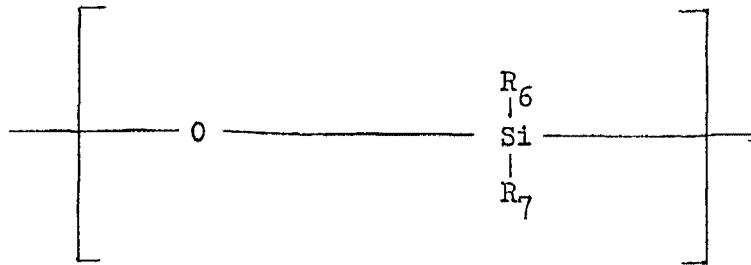
10 1ª.- Un procedimiento para tratar fibras sintéticas para relleno o enguatado, que comprende mezclar (a) 1 parte en peso de un aminosilano de la fórmula



20 en la que R_1 es un átomo de hidrógeno, un grupo alcoholilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo fenilo, R_2 es un grupo alcoholileno que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, y R_3 , R_4 y R_5 , independientemente uno del otro representan un grupo alcoholilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, con (b) de 1 a 20 partes en peso de un
25 epoxisiloxano que contiene por lo menos una unidad estruc

tural de la fórmula

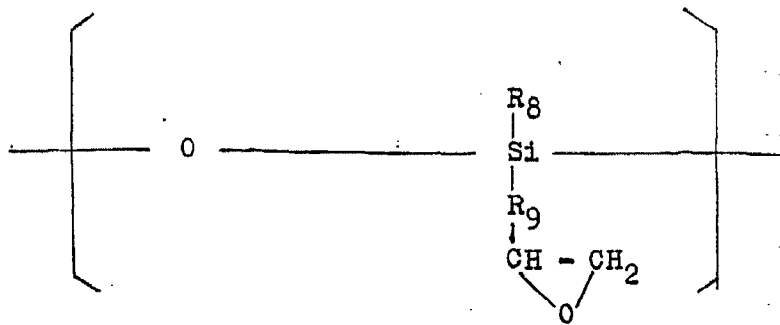
5



10

en la que R_6 y R_7 , independientemente uno del otro representan un grupo alcoholo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono y, por lo menos, dos unidades estructurales de la fórmula

15



20

en la que R_8 es un grupo alcoholo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono o el grupo $-R_9 - \underset{\text{O}}{\text{CH}} - \text{CH}_2$, siendo R_9 un

25

grupo alcoholeno que contiene de 2 a 5 átomos de carbono o un grupo arileno sustituido o no sustituido, que contiene de 6 a 10 átomos de carbono; impregnar a continuación dichas fibras sintéticas con el agente de tratamiento ob-

tenido de modo que la cantidad total de dicho aminosilano y dicho epoxisiloxano adherida resulte ser de 0,1 a 3,0% en peso, basado en el peso en seco de las fibras; someter las fibras a un tratamiento de rizado; y tratar luego con calor a las fibras a una temperatura de 100 a 230°C durante al menos 1 segundo.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dichas fibras sintéticas son fibras sintéticas de poliéster.

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que dichas fibras satisfacen la siguiente relación:

$$1,5 \leq D \leq 10$$

$$10D - 20 \leq L \leq 10D + 60$$

$$10 \leq L$$

$$-3/4D + 10,0 \leq C_N \leq -3/4 D + 15,5$$

$$15 \leq C_N + C_D \leq 32$$

donde D es el título denier de las fibras sintéticas, L es la longitud de las fibras en mm, C_N es el número de rizos por cada 25 mm, y C_D es el porcentaje de rizado (%).

4ª.- Un procedimiento para tratar fibras sintéticas.

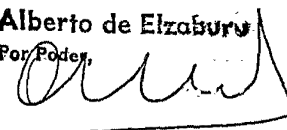
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta y tres hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15. NOV. 1976

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder,



11-11-76
MCC.