

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

⑩ ES	⑪ NUMERO ⑫ 442.871	⑩ A1
	⑬ FECHA DE PRESENTACION 21 Noviembre 1975	

PATENTE DE INVENCION

① PRIORIDADES: ② NUMERO P 24 56 277.4	③ FECHA 28 Noviembre 1974	④ PAIS República Federal Alemana
---	------------------------------	-------------------------------------

⑤ FECHA DE PUBLICIDAD	⑥ CLASIFICACION INTERNACIONAL D 01 F	⑦ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
-----------------------	---	-------------------------------------

⑧ TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR FIBRAS HIDROFILAS DE POLIOLEFINAS CON CONTENIDO DE ALUMINA"

⑨ SOLICITANTE (S)

HOGHEST AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

6230 Frankfurt/Main 80 - República Federal Alemana

⑩ INVENTOR (ES)

Dr. Wolfgang Gordon - Ha cedido sus derechos a la solicitante (Ley alemana de empleados inventores de 25-7-1957).

⑪ TITULAR (ES)

La misma solicitante

⑫ REPRESENTANTE

21 DIC. 1975

D. PABLO AGUDO ORRAGON
CONCORDIA

PATENTE DE INVENCION

a favor de:

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad alemana residente en 6230 Frankfurt (Main) 80 (República Federal Alemana), por:
"PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR FIBRAS HIDROFILAS DE POLIOLEFINAS CON CONTENIDO DE ALUMINA".

Resumen descriptivo

Hace ya bastante tiempo que se conoce producir fibras de poliolefinas con contenido de pigmentos (véase la solicitud de patente alemana publicada y examinada no 1.292.501) se agregan pigmentos y otros compuestos insolubles "en pequeñas cantidades" a una solución de polímeros sobrecalentada y bajo presión, y a partir de ella se forman fibras mediante

evaporación por distensión en una zona de baja presión. Ahora bien, si se aplica este procedimiento a poliolefinas, resultan fibras hidrófobas y no hidrófilas, lo que limita fuertemente sus posibilidades técnicas de empleo. Tampoco se especifica si y cómo es posible prestar las fibras con más de "pequeñas cantidades" de pigmento. Es desde luego de suponer que "pequeñas cantidades" significa en cualquier caso menos de 20% con relación al peso total de la fibra.

Se informa asimismo (compárese la solicitud de patente alemana publicada nº 2.252.759) que se agregan hasta 50% en peso (con relación al peso de la fibra) de cargas insolubles. Ahora bien, en esta solicitud no se entra en detalles sobre las dificultades especiales en la producción de fibras hidrófilas de poliolefinas con un contenido alto de cargas, tal como serán explicadas más tarde.

Se describe asimismo un procedimiento para la producción de fibras de polímeros mediante evaporación por distensión de una emulsión a base de una solución del polímero y una solución acuosa de un agente mojante (compárese la solicitud de patente alemana publicada y examinada nº 2.121.512), en el que se pueden agregar también pigmentos. Ahora bien, tampoco en esta solicitud se hace mención específica de las dificultades especiales de esta medida y de la manera de dominarlas.

En cambio no es conocida todavía la manera en que

35 pueden obtenerse fibras de poliolefinas hidrófilas y con con-
tenido de alúmina, sin los inconvenientes descritos más aba-
jo. En ninguna de las publicaciones citadas más arriba se des-
criben fibras hidrófilas de poliolefinas que contengan más de
20% en peso de alúmina, y en ninguna de las publicaciones men-
cionadas se describen fibras de poliolefinas que contengan más
de 50% en peso de alúmina.

40 Ha sido propuesta también un procedimiento para pro-
ducir fibras hidrófilas de poliolefinas con contenido de alú-
mina (compárese la solicitud de patente alemana publicada n.º
24 24 291), procedimiento que propone la utilización de alú-
mina hidrofobizada. Este procedimiento requiere una etapa
costosa, en sí conocida, a saber, la de hidrofobización de
la alúmina.

45 Ha sido descubierto ahora un procedimiento para pro-
ducir fibras hidrófilas de poliolefinas con contenido de alú-
mina, mediante evaporación por distensión de una suspensión
de alúmina sobrecalentado y sometida al menos a su presión pro-
pia, y de una emulsión a base de una solución de una poliole-
50 fina en un disolvente de fácil ebullición para esta polímero
y de una solución acuosa de un agente de hidrofiliación, a tra-
vés de una tobera en una zona con baja presión, procedimiento
que está caracterizado por el hecho de que la suspensión con-
tiene además una amina orgánica en forma disuelta.

55 Como poliolefinas son apropiados poliolefinos de

alto y bajo peso molecular con una viscosidad específica reducida de 0,3 a 20 dl/g, con preferencia de 0,7 a 10 dl/g (determinada conforme a H. Wesslau, Kunststoffe 49 (1959), Pág. 230).

60 Este polietileno puede contener cantidades pequeñas de comonomeros con 3 - 6 átomos de carbono, en una medida tal, que la densidad resultante sea de 0,93 a 0,97 g/c.c., con preferencia de 0,94 a 0,965 g/c.c. Apropiadados asimismo como poliolefinas son los homo y copolímeros del propileno, preferentemente con una parte atáctica de 0 a 25 %, resultando propiedades, 65 óptimas cuando la parte atáctica es de 0 a 5%. Como copolímeros del propileno son preferibles copolímeros estatóticos con 0,1 a 3% en peso de etileno o con 0,1 a 2% en peso de butileno. No obstante son apropiados también copolímeros por bloques con etileno, así como copolímeros estatóticos con un 70 contenido más alto de comonomeros.

Como agente de hidrofiliación son apropiados todos los tipos conocidos de emulgentes, si bien son preferidos agentes de hidrofiliación poliméricos con grupos aminos, amidos, carboxilos y/o hidroxilos. Resultados muy buenos se consiguen en 75 especial con polialcohol de vinilo con una viscosidad en solución (4 % a 20°C en agua) de 4 a 70 cp, y un grado de saponificación de 80 a 99,5%. El agente de hidrofiliación tiene la misión de hacer bien dispersables en agua las fibras de poliolefinas cargadas con alúmina; es decir, que las fibras no solamente han de poder ser convertidas en bien humectables, sino 80

tambien ser de manera facil distribuidas uniformemente en agua.

85 El disolvente de la poliolefina debe ser de punto de ebullición suficientemente bajo, de modo que resulte posible un sobrecalentamiento suficiente y una evaporación por disten-
sion; debe tener asimismo una temperatura critica suficiente-
mente alta. Son apropiados por ello para el procedimiento de acuerdo con el invento los hidrocarburos con 5 - 7 átomos de carbono, con preferencia hidrocarburos saturados cíclicos o acíclicos con 5 - 6 átomos de carbono. Muy bien apropiados
90 son asimismo hidrocarburos clorados con 1 ó 2 átomos de carbono, con preferencia el cloruro de metileno.

La temperatura de la suspensión puede oscilar dentro de la gama comprendida entre 110 y 200°C. Ahora bien, la más interesante técnicamente es una gama de temperatura comprendida
95 da entre 120 y 160°C. La suspensión se encuentra a este particular bajo la presión propia de la mezcla agua-disolvente, presión que puede elevarse con un gas inerte y/o con una bomba.

La suspensión de alúmina y una emulsión a base de
100 una solución de una poliolefina en un disolvente que hierve facilmente, destinado a este polímero, y de una solución acuosa de un agente de hidrofiliación, debe ser lo más uniforme posible. Esto es posible, tanto en un método de trabajo continuo, como también en un método de trabajo discontinuo, si esta sus-
105 pensión se prepara en grupos de suspensión y emulsión con

buena circulación del material y suficiente acción de cizalladura. Las ventajas del procedimiento conforme al invento se manifiestan, tanto en emulsiones de agua en aceite, como también en emulsiones de aceite en agua.

115 Para la evaporación por distensión, la suspensión se se por una tobera, cuya forma no tiene importancia para la idea del invento. Su misión es en primer término el mantener una diferencia de presión entre la suspensión y la cámara de distensión. La presión en la cámara de distensión se elige de modo que el disolvente para el polímero se evapore en más de 90%. Al mismo tiempo se evapora también parte del agua. La presión puede ascender por lo tanto a desde 10 hasta 1500 Torr, si bien con preferencia a desde 50 hasta 800 Torr. Las fibras que contienen pigmentos se obtienen sustancialmente en forma húmeda por agua, pudiendo ser trituradas y desecadas en instalaciones usuales en el comercio.

120

125

 Como alúmina se designa un material inorgánico que, como componente principal, contiene un compuesto de la fórmula $Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2 H_2O$. Se obtiene por procedimientos mineros, se purifica por procedimientos conocidos y se muele, siendo utilizado en esta forma -sin pasar por una etapa adicional de hidrofobización- para el procedimiento de acuerdo con el invento. La clase de las demás impurezas contenidas y su contenido no repercuten en las ventajas del procedimiento conforme al invento. El tamaño de partícula de las partículas de alúmina empleadas puede variar dentro de amplios límites. Casi siempre

130

135

se emplean alúminos cuyo diámetro de partícula es en un 90% menor que 50 μ m, con preferencia en un 90 % menor que 10 μ m.

La estructura química de las aminas que se emplean en el procedimiento de acuerdo con el invento puede ser variada dentro de un amplio marco. Como radicales orgánicos de estas aminas hay que considerar radicales alifáticos, aromáticos o alcohilaromáticos con 4 - 30 átomos de carbono, preferentemente con 6 - 20 átomos de carbono. Los radicales orgánicos pueden ser no cíclicos, monocíclicos o bicíclicos, pudiendo el átomo de nitrógeno formar parte del cuerpo anular, pero asimismo encontrarse fuera del anillo. A pesar de que pueden usarse con ventaja aminas, tanto primarias, como también secundarias y terciarias, se obtienen los resultados óptimos con aminas primarias, que son preferidas por lo tanto. El número de los grupos aminos y la posición de los grupos aminos tienen tan solo importancia gradual para las ventajas del procedimiento. Casi siempre se utilizan monoaminas o diaminas, siendo preferidas en especial las monoaminas. Además de los grupos aminos, las aminas orgánicas empleadas pueden tener también otros grupos funcionales y heteroátomos, si bien disminuyen las ventajas del procedimiento conforme al invento al aumentar la polaridad de estos grupos funcionales y heteroátomos. Entra dentro de la idea del invento el emplear mezclas de diversas aminas, siendo especialmente apropiadas a este particular las mezclas que se obtienen en procesos técnicos, por ejemplo,

165 aminas con radicales alcoholes con distinto largo de cadena, y/o aminas con grado distinto de alquilación en el átomo de nitrógeno. Ejemplos de aminas empleadas con preferencia son n-hexilamina-1, ciclohexilamina, 1,6-hexametilendiamino, bis(aminometil)norbornano, anilina p-toluidina, p-cloranilina, benzilamina, 2-etilhexilamina-1, n-decilamina-1, n-dodecilamina-1, N,N-metil-dodecilamina-1, N,N,N-dimetil-dodecilamina-1, 1,12-dodecometilendiamino, oleilamina, octadecilamina-1 y N,N-dioctadecilamina-1.

170 La cantidad de la amina orgánica empleada es bastante pequeña, y depende en medida limitada de la estructura química de la amina. Por lo general se utilizan 0,05 a 5 % en peso por cada parte en peso de alúmina. En especial se prefiere la gama comprendida entre 0,1 y 1 % en peso por cada parte de peso de alúmina.

180 La concentración de la amina en la suspensión varía entre 0,01 y 10 g/l, según el contenido de alúmina pretendido en la fibra, y según la clase y cantidad del agente de hidrofiliación. El tiempo de permanencia de la amina en la emulsión asciende casi siempre a 10 segundos o más, con preferencia o más de 2 minutos. Tiempos de permanencia extremadamente largos no menoscaban la acción de la amina.

185 La clase de preparación de la suspensión de alúmina con contenido de amina a partir de alúmina y una emulsión a base de una solución de una olefina en un disolvente de

facil ebullición para este polímero y de una solución acuosa de un agente de hidrofiliación, no tiene importancia para la idea del invento. La amina orgánica puede agregarse a la solución, por ejemplo, en forma líquida y pura, o bien en forma disuelta en el disolvente para el polímero, en un régimen de trabajo continuo o discontinuo. También se puede emplear cualquier otro orden de sucesión en la preparación de la suspensión con contenido de amina, con ayuda de medidas en sí conocidas. Así, por ejemplo, se puede agregar a la solución de la poliisobutina la amina en forma disuelta o líquida pura, suspender la alúmina en esta solución mixta, y emulsionar esta suspensión con la solución acuosa del agente de hidrofiliación; o también se puede, por ejemplo, mezclar en forma de emulsión una solución de poliisobutina y amina con una suspensión acuosa de alúmina y una solución acuosa del agente de hidrofiliación.

De acuerdo con la forma preferente de realización para un régimen de trabajo discontinuo, la poliisobutina, la alúmina y la amina se cargan en forma pura, y el agente de hidrofiliación en forma pura o disuelta, así como el agua y el disolvente para el polímero, en un autoclave frío, aplicando para ello un orden de sucesión cualquiera, preparándose la suspensión mediante calden conjunto de todas los componentes bajo la acción de un buen agitador.

De acuerdo con la forma preferente de realización

para un régimen de trabajo continuo, se prepara una suspensión de la cantidad principal de la alúmina en una solución de amina en el disolvente para el polímero, con esta suspensión se diluye una suspensión concentrada de poliolefina -o se diluye una suspensión concentrada de poliolefina- y a continuación se calienta para disolver la poliolefina. La suspensión obtenida, de alúmina en una solución de poliolefina y amina se mezcla a continuación con una solución acuosa del agente de hidrofiliación y con una suspensión acuosa de una cantidad relativamente pequeña de alúmina en agua, que es devuelta en ciclo después de la trituración de las fibras y del secado parcial por vía mecánica, obteniéndose de este modo una emulsión.

En todas las formas de realización se procede de un aislamiento de alúmina hidrofobizada, que requiere una etapa costosa de secado. Es precisamente el resultado correspondiente de los ensayos y una ventaja especial de este procedimiento, el que hace que no sea necesario este aislamiento.

Si se pone en práctica el procedimiento conforme al invento sin la adición de aminas orgánicas, resultan considerables inconvenientes técnicos. Nuestros ensayos han demostrado que únicamente se incorpora a las fibras una parte de la alúmina hidrófila, o sea, que es envuelta por una película de poliolefina. Aproximadamente 40 a 60% del pigmento hidrófilo se encuentran en la forma pulverulenta primitiva, y son arrag

trados con el agua en la desecación parcial por vía mecánica de las fibras. Para evitar pérdidas se necesitan dispositivos bastante costosos de separación y recuperación para cantidades considerables de alúmina. Otra parte de la alúmina está adherida tan solo de manera suelta a las fibras.

En la trituration de las fibras, que puede tener lugar en aparatos trituradores de fibras usuales en el comercio, se sueltan de la fibra los pigmentos adheridos, que vuelven a perderse o tienen que ser recuperados en mayor proporción. Además es desigual la distribución de la alúmina en las fibras, de modo que existen relativamente muchas fibras cortas especialmente ricas en pigmentos que, por ejemplo, en la fabricación de una hoja de papel, pasan a través del tamiz, de lo que también en la fabricación de papel resultan problemas de ensuciamiento de las aguas residuales o de recuperación adicional de esta parte.

Resulta sorprendente al comprobar que aplicando el procedimiento conforme al invento no se presentan practicamente los problemas descritos. La alúmina no hidrofobizada se incorpora de manera uniforme y casi completa a la fibra de poliolofina. Debido a ello son pequeñas las pérdidas en etapa de la distensión, de la trituration de las fibras o de la fabricación de papel. Estas ventajas se ponen de manifiesto en medida frecuente al ir elevándose la concentración de alúmina en la fibra. Por encima de 30 % de alúmina son

las diferencias ya tan manifiestas, que la supresión de la amina orgánica origina grandes inconvenientes. Fibras hidrófilas de poliolefinas con contenido de alúmina, con más de 50 % en peso de pigmento con relación al peso de la fibra, es la primera vez que por el procedimiento conforme al invento se pueden producir a partir de alúmina no hidrofobizada.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con el invento radica en que, en contenidos de pigmento de 50 % y más (con relación al peso total de pigmento y poliolefina), las fibras se obtienen en la evaporación por distensión en una forma muy uniforme y corta, de modo que en la mayoría de los casos no es preciso triturar nuevamente las fibras u homogeneizar el largo de las mismas. Este efecto no puede conseguirse sin pigmento por los medios conocidos, incluso siendo muy exiguas las concentraciones del polímero.

Fibras hidrófilas de poliolefinas, con un contenido de alúmina de entre 50 y 90 %, pueden emplearse como cargas fibrosas en todos los velos de fibras. Frente a alúmina no fibrosa, tienen la ventaja de una mejor retención en la producción de estos velos. Frente a fibras hidrófilas de poliolefinas sin alúmina, tienen la ventaja de un mayor poder cubriente en un velo. Así, por ejemplo, un papel calandrado que contenga las fibras conforme al invento es más opaco que un papel calandrado que contenga fibras conocidas de poliolefinas. El carácter hidrófilo de las fibras pigmentadas es necesario para poder transformar las fibras a partir de una

suspensión acuosa, por ejemplo, para la fabricación de papel.

Para demostrar las ventajas del procedimiento de acuerdo con el invento y de las fibras conforme al invento servirán los ejemplos siguientes:

290 Ejemplo 1 con ensayo de cooperación

En un autoclave A (véase la figura) de una capacidad de 70 l y provisto de un mezclador a contracorriente B de varias fases de impulsos, dotada de cinco paletas, se disuelven entre sí, se emulsionan y suspenden a 140 °C y a un número de revoluciones del mezclador de 600 r.p.m., 9,6 Kg de polietileno de una densidad de 0,960 g/c.c., una viscosidad específica reducida de 1,4 dl/g y una distribución de peso molecular M_w/M_n de 6, así como 20 l de hexano, 15 l de agua, una solución de 40 g de polialcohol vinílico, que tiene una viscosidad en solución de 4 cp (al 4 % en agua a 20° C) y un grado de saponificación de 90 %, en agua, 2,4 kg de arcilla blanca inglesa con un tamaño de partículas de 90 % inferior a 10 μ m, cuyo análisis da como resultado 46,2% de SiO₂, 39,7 % de Al₂O₃ y 13, 1 % de pérdida por calcinación, así como 12 g de dodecilsmina-(1) técnicamente pura. La presión total en la caldera se ajusta mediante nitrógeno a 16 kp/cm². Después de abrir la válvula de fondo C, la emulsión fluye a través de una tobera tubular D de un diámetro interior de 4 mm y un largo de 1,20 m, para llegar a un recipiente E, en el que la bomba de vacío F cuida de

295

300

305

310

establecer un vacío de unos 100 Torr, y donde se recogen las fibras producidas. Los restos de hexano que han quedado en las fibras son expulsados bajo vacío, mediante barrido con vapor procedente de la conducción de vapor H. Las fibras, que
315 contienen agua, son extraídas del recipiente E a través de la abertura G, que puede ser cerrada.

Después de un desecado parcial mediante prensado mecánico hasta un contenido de fibras de aproximadamente 30%, las fibras producidas contienen 75,0 % de la alúmina empleada, o sea, que la retención en la etapa de la atomización de
320 distensión asciende a 94,0 %. Las fibras obtenidas son hidrófilas y pueden dispersarse sin dificultades en agua. Si en un cilindro graduado de 1 l de capacidad se dispersan 2 g de estas fibras en 500 ml de agua, agitando para ello varias veces, y si se deja reposar esta dispersión de fibras durante
325 2 minutos, descienden las fibras en pequeña medida, de modo que al cabo de 2 minutos el agua de encima, exenta de fibras, ocupa un volumen de 55 ml.

Si las fibras así obtenidas se clasifican en un clasificador de membrana tipo Brecht-Holl para 10 minutos/tamiz, con 0,5 atmósferas manométricas de presión del agua y carga
330 máxima, quedan en una pesada de 2 g 26 % sobre un tamiz con 0,40 mm de ancho de malla, y 51 % sobre un tamiz de 0,12 mm de ancho de malla, mientras que 13 % pasan a través de este
335 último tamiz. Esto significa que las fibras son uniformes y

cortes y que, sin más trituración, pueden ser empleadas, por ejemplo, para la fabricación de papel.

340 Si con las fibras obtenidas del ejemplo 1 se manufactura en un aparato rápido Kothon formador de hojas una hoja de papel de 160 g/m^2 , esciende el contenido de pigmento en la hoja a 72,9 %, es decir, que la retención de pigmento en la etapa de transformación de las fibras es de 98,6 %. Si, por el contrario, se pretende confeccionar una hoja pigmentada a partir de 75% de pigmento y 25% de fibras de polietileno comperables, que no contengan pigmento, se encuentra una con una retención de pigmento de tan solo 19 %. Para todas las etapas en conjunto, formación de fibras y transformación de las mismas, esciende la retención de alúmina a 91,2 %.

350 Se procede del mismo modo que más arriba, si bien no se agrega dodecilamina-(1).

Los fibras producidas contienen, después de un desecado parcial mediante presecado por vía mecánica hasta aproximadamente 30 % de contenido de fibras, 38 % de alúmina.

355 Si se clasifican estas fibras de manera correspondiente al ejemplo 2, permanecen 87 % sobre el tamiz de 0,40 mm de ancho de malla, 11% sobre el tamiz de 0,12 mm de ancho de malla, y 2% de las fibras pasan a través de este tamiz. A pesar de que estas fibras son bien hidrófilas, no son dispersables libremente en una suspensión diluida, sino que están todavía unidas entre sí.

360

390 alcohol vinílico en agua y 0,4 Kg de alúmina (para propiedades, véase el ejemplo 1) y 6 g de ciclohexilamina, se emulsionan y suspenden y, mediante atomización por distensión, se producen fibras que se Trituran en un refinador de discos en 3 operaciones de trituración.

395 En un ensayo paralelo no se emplea ciclohexilamina, y las fibras primarias obtenidas se Trituran en iguales condiciones en 4 etapas de trituración. La distribución resultante de los largos de fibras, que se llevó a cabo de la manera descrita en el ejemplo 2, así como los contenidos de pigmento después de la atomización por distensión, después de la trituración y después de formada la hoja conforme al ejemplo 3, se desprenden de la tabla 1.

400 Tabla 1 (1) % de pigmento con relación al peso total de la alúmina más el polietileno.

Pigmento	sin amina	con amina
% de alumina empleada 1)	40	46
% de alumina 1) después de la evaporación por distensión.	19	34,5
405 % de alúmina 1) después de la trituración.	14	32
% de alumina 1) en la hoja	11	20,5
% sobre tamiz de 0,40 mm	20	24
410 % sobre tamiz de 0,12 mm	56	60
% a través de tamiz de 0,12 mm	24	16

Ejemplos 3 con ensayo de comparación

Mediante emulsión y suspensión de 1,0 kg de polipropileno con una viscosidad específica reducida de 2,3 dl/g y 3,3 % de partes solubles en heptano (12 horas de Soxhlet), 20 l de isopentano, 20 l de agua, una solución acuosa de 60 g de polialcohol vinílico con una viscosidad en solución de 66 cp (4 g/l en agua a 20 °C) y un grado de esponificación de 99%, 1,0 kg de alúmina correspondiente al ejemplo 1, y 2 g de 1,2-dodecanmetilendiamina, y mediante la siguiente atomización por distensión según el ejemplo 1 -si bien a 25 kp/cm² de presión sobre la suspensión y 250 Torr de presión en la cámara de distensión- se producen fibras de polipropileno que, a continuación, se trituran en una etapa en un refinador de discos. En el ensayo comparativo, sin dodecanmetilendiamina, las fibras producidas en la atomización por distensión se trituran en dos etapas de trituración. Los contenidos de pigmento, así como el análisis de clasificación, se desprenden de la tabla 2.

Tabla 2 (% de pigmento con relación al peso total de pigmento más polietileno)

Pigmento	sin amina	con amina
% de pigmento empleado	50	50
% de pigmento después de la evaporación por distensión.	24	47
% de pigmento después de la trituración	19	44

Pigmento	sin amina	con amina
% de pigmento después de formada la hoja,	16	41
% sobre tamiz de 0,40 mm	13	10
440 % sobre tamiz de 0,2 mm	64	43
% a través de tamiz de 0,12 mm	23	34

Esta Patente de Invención se corresponde a la depositada en Alemania (República Federal Alemana) con el número
445 P 24 56 277.4 y tiene prioridad de fecha 28 de Noviembre de 1974 por acogerse a los beneficios del artículo 21 del Vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 40 del Convenio de la Unión de París.

REIVINDICACIONES

450 1.) Procedimiento para producir fibras hidrófilas de poliolefinas con contenido de alúmina mediante evaporación por distensión de una suspensión de alúmina sobrecalentada y sometida al menos a la presión propia, y de una emulsión a base de una solución de una poliolefina en un disolvente de
455 fácil abullición para este polimero y de una solución acuosa de un agente de hidrofilación, que son hechas pasar a través de una tobera a una zona de baja presión, caracterizada porque la suspensión contiene además una amina orgánica en forma disuelta.

460 2.) Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,

caracterizado porque como poliolefina se emplea polietileno con una densidad de 0,93 a 0,97 g/c.c.

465

3.) procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque como poliolefina se emplea polipropileno con una parte atáctica de 0,25 %.

4.) procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se emplea polialcohol vinílico en calidad de agente de hidrofiliación.

470

5.) procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se emplea un hidrocarburo de 5 ó 6 átomos de carbono saturado, o cloruro de metileno en calidad de disolvente para la poliolefina.

475

6.) procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la suspensión tiene antes de la evaporación por distensión una temperatura que oscila entre 1100 C y 2000 C.

7.) procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la zona de distensión tiene una presión de entre 10 y 1500 Torr.

480

8.) procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque 95% en peso de las partículas de la alúmina son menores de 50 μ s.

485

9.) procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se emplean monomeras alifáticas, aromáticas o alchil-aromáticas, con 4 a 30 átomos de

carbano, en calidad de aminas orgánicas.

10.) Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se empleen 0,05 a 5 % en peso, con preferencia 0,1 a 1 % en peso de amina orgánica por cada parte en peso de alúmina.

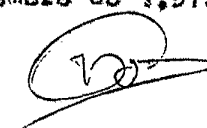
490

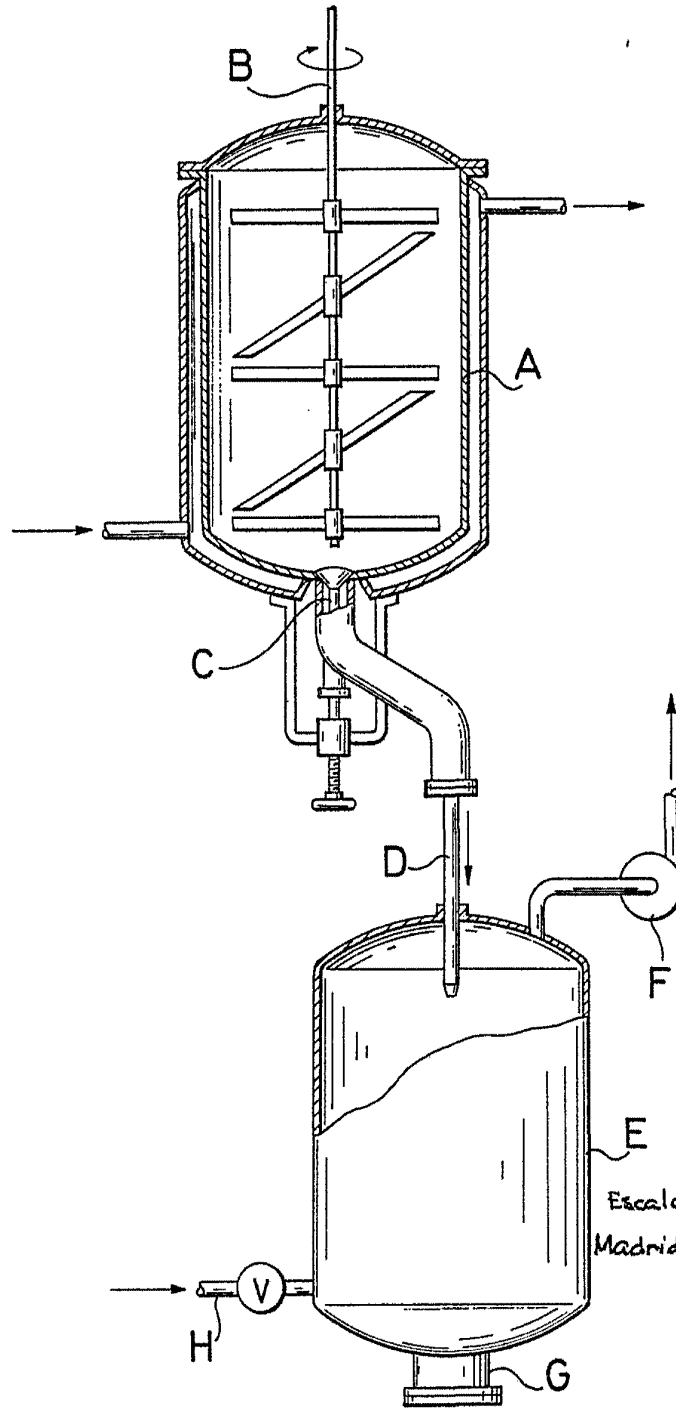
11.) " PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR FIBRAS HIDROFILAS DE POLIOLEFINAS CON CONTENIDO DE ALUMINA".

Esta Memoria consta de veintiuna hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

494

Madrid, 22 de Noviembre de 1,975





Escala variable
Madrid, 21 Noviembre 1975

Bas