



ES 11 10 A 1
NUM: 456230
FECHA DE PRESENTACION: 24 FEB. 1977

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
PV 76/05 791	27 de febrero de 1.976	FRANCIA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL D 01 F	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE HILOS YUNTAPUESTOS, CON PROPIEDADES DE RIZO MEJORADAS.

71 SOLICITANTE (S)

RHONE-POULENC-TEXTILE

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

5, Avenue Percier, 75008 Paris, Francia.

72 INVENTOR (ES)

Gérard BARBE, Robert HABULT.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET

Esta invención se refiere a un procedimiento para la producción de hilos yuxtapuestos de poliéster a base de politereftalato de etileno y politereftalato de butileno reticulado dotados de propiedades de rizo mejoradas.

5 Por "hilos yuxtapuestos" deben entenderse filamentos continuos constando de dos constituyentes diferentes, cada uno de ellos poseyendo una superficie de contacto con el exterior a lo largo de toda la longitud de los filamentos.

10 La patente francesa nº 2 182 766 se refiere a hilos yuxtapuestos de poliéster con dos constituyentes, dotados de un rizo y de una elasticidad permanentes uno de los constituyentes siendo el politereftalato de etileno y el segundo el politereftalato de butileno reticulado.

15 Ahora bien, según esta patente francesa, con los dos constituyentes utilizados - politereftalato de etileno y politereftalato de butileno reticulado - cuando la viscosidad en estado fundido de este último varía entre unos 3500 y unos 5500 poises a 260°C, el grado de rizo y sobretodo las fuerzas de rizo son aún insuficientes.

20 También se conoce, según la patente francesa 1 442 768, la preparación de filamentos compuestos que se pueden rizar en hélice, constituidos por politereftalato de etileno y de politereftalato de butileno.

25 Además, se conoce según la patente francesa 50 780/ 837 555 un procedimiento para la producción de hilos compuestos por medio de un dispositivo constando de dos placas cuyas perforaciones se decalan de tal manera que los ahorros líquidos están excentrados el uno con respecto al otro.

30 Por fin, la patente británica 1 258 760 se refiere a una hilera para la producción de hilos bi-componentes compren-

diendo una placa hilera y un bloque de distribución constando de dos canales horizontales a lo largo de la superficie de la hilera y haciendo comunicar dos depósitos de lado conteniendo el mismo polímero con un orificio de hilera y un canal vertical de dimensión inferior al ancho de los canales horizontales, haciendo comunicar un depósito central conteniendo un segundo polímero con el mismo orificio de hilera, atravesando perpendicularmente dichos canales horizontales y pasando contra una de las paredes de estos canales. Pero estos hilos no son del tipo yuxtapuesto pues en la sección del hilo, el polímero central solo representa una pequeña fracción de la superficie. Además, en el espacio comprendido entre la placa de distribución de los polímeros y la hilera, el polímero central no está completamente rodeado por el otro polímero, puesto que este último llega por dos canales horizontales opuestos y que el polímero central llega contra una de las paredes de estos canales.

Ahora se han conseguido hilos yuxtapuestos dotados de propiedades de rizo mejoradas, constituidos por politereftalato de etileno y politereftalato de butileno reticulado, caracterizados porque, en sección, el constituyente politereftalato de butileno reticulado está parcialmente rodeado por el constituyente politereftalato de etileno y posee una viscosidad en estado fundido a 260°C superior ó igual a 2000 poises; preferentemente la viscosidad en estado fundido del politereftalato de butileno reticulado es superior ó igual a 4000 poises.

Esta invención se refiere igualmente a un procedimiento para la producción de dichos hilos yuxtapuestos, caracterizado en que se hilan simultáneamente en estado fundido un politereftalato de etileno y un politereftalato de butileno reticulado de viscosidad en estado fundido a 260°C de por lo menos

2000 poises, preferentemente de por lo menos 4000 poises en un dispositivo comprendiendo una hilera y una placa de distribución situada aguas arriba de la hilera, atravesada por un cierto número de canales para la alimentación del politereftalato de butileno reticulado, idéntico al número de orificios de la hilera, presentando estos canales un diámetro inferior al ϕ de los pre-orificios de la hilera y siendo situados estos canales de manera descentrada en relación con estos últimos, siendo la distancia entre el eje de cada uno de estos canales y el eje de cada uno de los pre-orificios correspondientes por lo menos igual a la diferencia entre los radios de los pre-orificios y de dichos canales, y en que se hacen llegar simultáneamente, entre la hilera y la placa de distribución, el politereftalato de butileno distribuido en forma de filetes al salir de dichos canales, preferentemente sobre un chaflán provisto a la entrada de los pre-orificios de la hilera, y el politereftalato de etileno rodeando completamente dichos filetes de politereftalato de butileno reticulado.

Se conduce el politereftalato de etileno en el intervalo comprendido entre la placa y la hilera por todo medio deseado y por ejemplo por canales atravesando también la placa pero diferentes de los canales mencionados más arriba reservados para el politereftalato de butileno, y generalmente de diámetro superior.

En los hilos yuxtapuestos según la invención, el politereftalato de etileno utilizado tiene una viscosidad en estado fundido a 290°C comprendida entre 1000 y 3000 poises, preferentemente comprendida entre 1500 y 2500 poises.

El politereftalato de butileno se reticula por medio de compuestos polifuncionales pudiendo comprender tres ó cuatro

grupos formadores de ésteres, entre estos compuestos, pueden mencionarse los trioles ó tetroles tales como el trimetilolpropano, el trimetiloetano, el pentaeritrol ó el glicerol, los triácidos ó tetraácidos tales como el ácido trimérico, el ácido ó el anhídrido trimérico, el ácido ó el anhídrido pirosmético, los polifenoles tales como el floroglucinol ó la hidróxi-hidroquinona, los amino-ácidos y ácidos-alcoholes tales como el ácido hidróxi-isoftálico, el ácido aminoisoftálico, etc... La cantidad de agente reticulante utilizado varía entre un 0,20 y un 0,60 % en mol con respecto al número de unidades tereftalato.

La viscosidad en el estado fundido del politereftalato de butileno a 260°C es superior ó igual a 2000 poises, preferentemente superior a 4000 poises. Puede llegar hasta valores elevados tales como 10000 u 12000 poises, ó aún más. Las características de rizo serán tanto mejores cuanto la viscosidad en estado fundido del politereftalato de butileno reticulado será más elevada.

La sección de los hilos yuxtapuestos según esta invención está ilustrada en la figura 1 en la cual la parte A representa el politereftalato de butileno y la parte B representa el politereftalato de etileno.

A título comparativo, la figura 2 representa un hilo yuxtapuesto tal como obtenido según la patente francesa 2182766 en la cual la disposición de las dos fases A y B está invertida. La disposición de las dos fases A y B en la figura 1 es particularmente buena puesto que la fase politereftalato de butileno (A) dotada de la mayor contracción está rodeada por la fase politereftalato de etileno (B).

Los dos polímeros secos se funden separadamente, sea en fundidoras, sea en extrusionadoras, entre 275 y 300°C para el

politereftalato de etileno, y entre 255 y 265^oC para el politereftalato de butileno reticulado.

Los polímeros se dosifican separadamente por bombas dosificadoras y se conducen dentro del aparato de hilado propiamente dicho. Las proporciones respectivas de los dos polímeros pueden variar entre 80-20 y 20-80. Los dos polímeros se extruyen juntos por el mismo orificio (capilar) por medio de un aparato tal como esquematizado en la figura 3.

La figura 3 representa, en sección, el esquema del flujo de los polímeros según una variante del procedimiento según esta invención. El politereftalato de butileno en estado fundido pasa por el canal 4 atravesando la placa de distribución 1, luego sobre el chafalán 2 de la perforación (pre-orificio) 3, por el pre-orificio 3 y el capilar 5; el politereftalato de etileno atraviesa la placa de distribución en 6 y 7, fluye en el intervalo 8 situado entre la placa de distribución 9 y la hilera 10 rodeando completamente y excentricamente el politereftalato de butileno reticulado, luego atraviesa la hilera 10 en el pre-orificio 3 y el capilar 5. El canal 4 atravesando la placa de distribución 1 presenta un diámetro inferior al del pre-orificio 3 y está decentrado con respecto al pre-orificio 3.

Este decentraje puede ser aún más importante con tal que el politereftalato de butileno fundido pueda fluir normalmente a lo largo de una parte de la pared del pre-orificio 3, en particular por medio del chafalán provisto a la entrada del pre-orificio, siendo preferentemente la dimensión del chafalán tanto más importante como el decentraje es importante.

Los orificios de la hilera pueden presentar secciones de varias formas, bien conocidas del Hombre del Arte, tales como secciones redonda, alargada ó multilobal.

Según el procedimiento de esta invención, se ha encontrado que se podían obtener muy buenos resultados con orificios de sección circular. En el caso de sección circular, el diámetro varía generalmente entre un 0,20 y un 0,90 mm, por ejemplo, y no siendo limitado su número, es posible realizar una forma importante de títulos a velocidades muy variables, por ejemplo de 200 a 4000 m/minuto, ó aún más. Se estiran luego los filamentos de manera igual según cualquier medio conocido, en continuo o en discontinuo, en grados generalmente comprendidos entre 1,2 X y 5X y a velocidades pudiendo variar muchísimo, por ejemplo entre 500 y 4000 metros/minuto.

El hilo obtenido tras desarrollo del rizo sin tensión por todo medio conocido tal como el vapor de agua ó el aire caliente, está dotado de un rizo helicoidal, característica de los hilos bicomponentes. Las propiedades de rizo de estos hilos son excelentes bajo todos los puntos de vista, en particular la frecuencia de rizo, la fuerza de 1/2 desrizado y 1/2 rizado de nuevo, así como el módulo de elasticidad.

Los ejemplos siguientes dándose para ilustrar la invención sin limitarla.

- la viscosidad en el estado fundido de los polímeros, dada en poises, se determina con el plastómetro de extrusión Davenport;

- la extensibilidad se determina con la relación

$$E \% = \frac{L - l}{l} \times 100, \text{ en la cual}$$

L representa la longitud del hilo desrizado bajo una tensión de 250 mg/dtex,

l representa la longitud del hilo rizado sin ninguna tensión,

- la frecuencia de rizo se da en número de semi-ondulaciones por centímetro de hilo desrizado.

A partir del diagrama fuerza-alargamiento establecido para el intervalo l - L, se pueden leer las fuerzas de 1/2 desrizado y de 1/2 rizado nuevo en la ordenada correspondiendo a $\frac{E\%}{2}$ en la abscisa.

Ejemplos 1 a 6

Se preparan cuatro lotes de polímeros diferentes:

A - Politereftalato de etileno de viscosidad intrínseca 0,66 (medida con una solución a 25°C conteniendo 1% en peso por volumen de polímero en el orto-clorofenol) de viscosidad en estado fundido a 290°C de 2300 poises.

B - Politereftalato de butileno reticulado con 0,3% en mol, de trimetilolpropano con respecto al número de unidades tereftalato, de viscosidad en estado fundido a 260°C de 4000 poises.

C - Politereftalato de butileno reticulado con 0,03% en mol de trimetilolpropano, de viscosidad en estado fundido a 260°C de 8000 poises.

D - Politereftalato de butileno reticulado con 0,03% en mol de trimetilolpropano de viscosidad en estado fundido a 260°C de 10000 poises.

Los polímeros se funden separadamente, el polímero A a 260°C y los polímeros B, C, D a 245°C, luego se hilan los polímeros acoplados A-B, A-C y A-D en proporciones 50-50 en volumen a 275°C por medio del dispositivo de la figura 3 presentando las características siguientes:

- diámetro de los canales 4 = 1,5 mm
- diámetro de los pre-orificios 3 = 2,5 mm
- diámetro de los canales 6 y 7 = 2,5 mm
- decentraje de los ejes de 4 y 3 = 1 mm

longitud del chaflán 2 = 0,75 mm

presentando la hilera 32 orificios circulares de 0,50 mm de diámetro.

Los filamentos, al salir de la hilera, pasan sobre rodillos a una velocidad de 550 m/minuto, mantenidos a una temperatura de 90°C, luego sobre rodillos estiradores a una velocidad de 2190 m/minuto donde se estiran de 4x y por fin se enrollan a una velocidad de 2000 metros/minuto, luego se relajan en vapor de agua (presión 10 bares) a una temperatura de 160°C.

Las características de los filamentos obtenidos con los tres acoplamientos A-B, A-C y A-D, designados respectivamente por ejemplos 1, 2 y 3 dándose en la tabla más abajo mencionada.

A título comparativo, se hilan los tres acoplamientos A-B, A-C y A-D como mencionado anteriormente, pero reemplazando el dispositivo según la figura 3 de esta invención por un dispositivo según la figura 1 de la patente americana USP 2 386 173 y con una hilera de 32 orificios circulares de 0,34 mm. Las características de los hilos obtenidos tras relajación en vapor, designados respectivamente por ejemplos 4, 5 y 6 dándose también en la tabla siguiente:

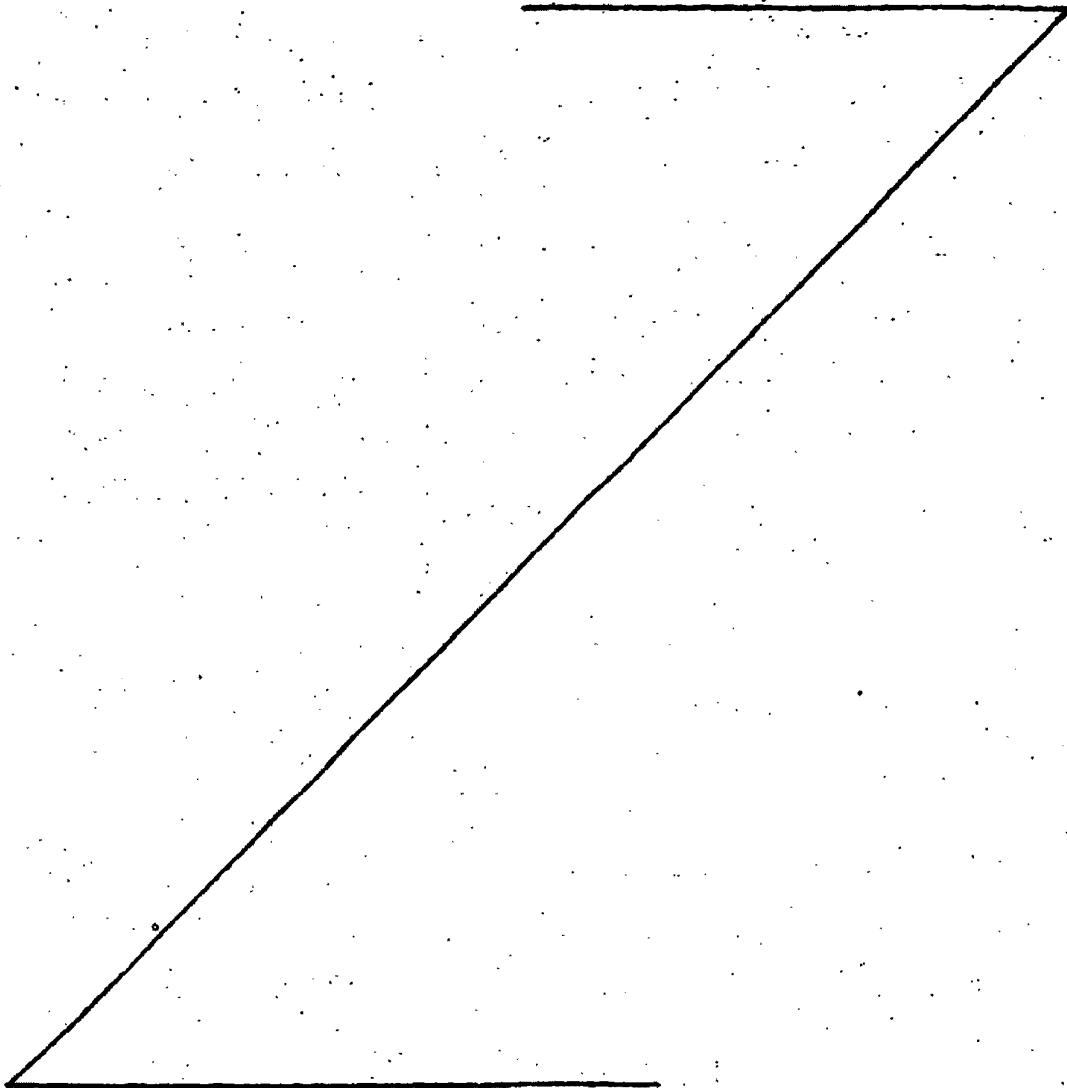
Ejemplos	Según invención			Comparativos		
	1	2	3	4	5	6
Polímeros acoplados	A-B	A-C	A-D	A-B	A-C	A-D
frecuencias de rizo	16,3	20,3	26,3	14,9	15,7	19,1
extensibilidad (%)	7	10,7	22,5	12,3	15,6	27,9
fuerza 1/2 desrizado (g/tex)	141	214	310	68,5	86,3	122
fuerza 1/2 rizado nuevo (g/tex)	104	158	185	51,7	60,9	70
módulo (g/tex)	168	207	212	162	184	185
contracción en agua hirviendo (%)	8,8	7,1	7,0	8,7	7,3	7,2

Esta tabla indica que los hilos según la invención presentan mejores frecuencias de rizo y sobre todo mucho mejores fuerzas de 1/2 desrizado y nuevo rizado, es decir un rizo más estable que en el caso de los hilos de los ejemplos comparativos.

5

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

10



REIVINDICACIONES

5 1^a.- Procedimiento para la producción de hilos yuxtapuestos con propiedades de rizo mejoradas, caracterizado porque se hilan simultáneamente en estado fundido un politereftalato de etileno y un politereftalato de butileno reticulado de viscosidad en estado fundido a 260°C de por lo menos 2000 poises en un dispositivo comprendiendo una hilera y una placa de distribución situada aguas arriba de la hilera y atravesada por canales suministrando al politereftalato de butileno reticulado en número 10 idéntico al número de pre-orificios de la hilera, siendo el diámetro de estos canales inferior al diámetro de los pre-orificios y siendo situados estos canales de manera decentrada con respecto a los pre-orificios siendo la distancia entre el eje de cada uno de estos canales y el eje de cada uno de los pre-orificios 15 correspondientes por lo menos igual a la diferencia entre los radios de dichos pre-orificios y canales y en que se hacen llegar simultáneamente entre la hilera y la placa de distribución, siendo el politereftalato de butileno reticulado distribuido en forma de filetes tras paso por dichos canales y rodeante completamente el politereftalato de etileno dichos filetes de politereftalato de butileno. 20

25 2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el politereftalato de butileno utilizado tiene una viscosidad en estado fundido a 260°C superior ó igual a 4000 poises.

30 3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el politereftalato de etileno utilizado tiene una viscosidad en estado fundido a 290°C comprendida entre 1000 y 3000 poises.

4^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-

rizado porque los filetes de politereftalato de butileno retilla-
do fundido procediendo de los canales de la placa de distribu-
ción fluyen sobre un chaflán provisto a la entrada de los pre-
-orificios de la hilera.

5 5º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque la alimentación de politereftalato de etileno a
través de la placa de distribución se efectúa por medio de cana-
les situados por los dos lados de los canales de alimentación de
politereftalato de butileno reticulado.

10 6º.- Procedimiento para la producción de hilos jurta-
puestos, con propiedades de rizo mejoradas, tal y como queda sus-
tancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los
adjuntos dibujos.

15 Esta Memoria consta de 11 hojas, escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid 24 FEB. 1977

RHONE-POULENC-TEXTILE

L. GOMEZ ACEBO Y MOUET
S. A. Filiales L. Geol. Española

