



ESPAÑA

CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

10 ES	11 NUMERO 459.300	10 A1
21	22 FECHA DE PRESENTACION 30-5-1977	

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 691.659	32 FECHA 1-6-76	33 PAIS EE.UU.
---	--------------------	-------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C08F	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UN POLIESTER LINEAL FORMADOR DE FIBRAS"

71 SOLICITANTE (S)
MONSANTO COMPANY (14-52-0001A SP)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Missouri 63166, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)
Ernest Linwood Lawton, II

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P-66.051)

P.- 66.051

1

Campo de la Invención

Esta invención se refiere a una nueva composición de poliéster que comprende polímeros lineales producidos mediante reacciones de condensación de polimetilenglicoles y ácidos dicarboxílicos o sus ésteres, y más particularmente a tales composiciones de poliéster que contienen un derivado de hidantoina que exhibe susceptibilidad de teñido, estabilidad a la oxidación térmica, estabilidad a la luz y solidez del color en seco a la luz mejoradas, en comparación con otros poliésteres modificados con polialcoxi.

5

10

Descripción de la técnica anterior

Es bien sabido que los poliésteres polímeros preparados por policondensación de un alcohol divalente o sus derivados funcionales y un ácido dicarboxílico o un derivado formador de poliéster del mismo, tal como un halogenuro de ácido, o un simple éster de un ácido dibásico y un alcohol monovalente volátil, son excelentes polímeros formadores de fibra. Comercialmente, los poliésteres más importantes son aquellos preparados mediante la condensación de ácido tereftálico o tereftalato de dimetilo y un polimetilenglicol que contiene de 2 a 10 átomos de carbono, y particularmente etilenglicol. Estos poliésteres son materiales hidrófobos relativamente inertes, susceptibles de ser transformados en filamentos que pueden ser estirados para producir fibras textiles de resistencia y plegabilidad superiores. Sin embargo, como estos materiales no son fácilmente permeables al agua, no pueden ser teñidos satisfactoriamente por los procedimientos de tinción ordinarios, tales como los que se usan en el teñido de algodón, lana, seda natural y celulosa regenerada.

15

20

25

30

1 Las limitaciones adicionales en el desarrollo de las fibras de tereftalato de polietileno para telas, incluyen el problema de la formación de pequeñas bolas de fibras en la superficie (pilling) y el tacto duro de las ropas.

5 La estructura molecular compacta de las fibras de poli(tereftalato de etileno) hace muy difícil, excepto para un número limitado de colorantes, obtener un alto grado de agotamiento del baño de teñido o asegurar matices intensos, satisfactorios. La absorción y la penetración del colorante en el

10 núcleo de la fibra están limitadas por las propiedades inherentes de la fibra. Se ha propuesto varios métodos para incrementar la susceptibilidad al teñido de los poliésteres; sin embargo, la mayor parte han demostrado no ser totalmente satisfactorios. Uno de tales métodos es copolimerizar un

15 tercer componente además del ácido tereftálico y el etilenglicol como componentes principales para eliminar o reducir a un mínimo las limitaciones de las fibras de poli(tereftalato de etileno), y mejorar especialmente la facilidad de teñido. Generalmente, la cantidad del tercer componente se

20 mantiene pequeña, con la intención de mejorar cierta porción de las propiedades físicas y mantener invariables las otras propiedades de la fibra de poli(tereftalato de etileno).

Por ejemplo, en la patente de EE.UU. 2.905.657,

25 la susceptibilidad al teñido, del poli(tereftalato de etileno), ha sido mejorada por la adición de un tercer componente que funciona como un agente terminador de cadena. Agregando una proporción menor de compuestos monohidroxílicos a polímeros de poli(tereftalato de etileno), los polímeros son más fácilmente teñibles a colores más intensos y más

30

1 uniformes que el poli(tereftalato de etileno) no modifica-
do. Se ha encontrado, sin embargo, que aunque la afinidad
al colorante del poliéster ha sido incrementada, se han sa-
crificado otras propiedades deseables del filamento produ-
5 cido del poliéster. Empleando compuestos monohidroxílicos
terminadores de cadena en la molécula polímera, se causa
una reducción en el peso molecular del poliéster como se ha-
ce evidente por una reducción en su viscosidad. Para compen-
sar esta desventaja, mientras se retiene aún el beneficio
10 de la afinidad al colorante, exhibida por los compuestos
terminadores de cadena, la patente de EE.UU. 2.895.946 des-
cribe la incorporación de una pequeña cantidad de un agente
ramificador de cadena en la mezcla de reacción de poliéster,
junto con un agente terminador de cadena, de manera que pue-
15 de producirse un poliéster que no solamente posee la afini-
dad deseada al colorante, sino que tiene también el peso mo-
lecular necesario. Sin embargo, se ha encontrado que este
poliéster modificado no puede hilarse bajo fusión a una fi-
bra textil al mismo régimen que la fibra de poli(tereftala-
20 to de etileno) no modificada. El costo de producción incre-
mentado compensa por lo tanto en una gran medida la ventaja
de la susceptibilidad al teñido mejorada suministrada por
los aditivos modificadores.

Otro enfoque para mejorar la susceptibilidad al
25 teñido de las fibras de poli(tereftalato de etileno) se des-
cribe en la patente de EE.UU. 2.744.087. En esta patente,
se agrega un tercer componente para proveer un copoliéster
más fácilmente teñible. Este componente es polietilenglicol
y provee una mejora con respecto al poli(tereftalato de eti-
30 leno) no modificado en relación con la susceptibilidad al

1 : teñido. Se ha encontrado que este producto adolece de ines-
tabilidad térmica y, consecuentemente, su aplicación prác-
tica se ha visto severamente restringida.

5 : La susceptibilidad de las fibras de poli(terefta-
lato de etileno) al teñido puede también mejorarse usando
vehículos o equipo de teñido a presión y a alta temperatu-
ra. Los vehículos o aceleradores, sin embargo, incrementan
los costos del teñido y dañan frecuentemente la calidad por
teñido con manchas o no uniforme. Asimismo, el uso de teñi-
do a alta temperatura incrementa el costo del tejido debido
10 al equipo especializado, costoso implicado en dicho teñido.

Una propiedad extremadamente deseable que mejora
la utilidad de los poliésteres es la estabilidad térmica.
Esta es una propiedad importante debido a que muchos proce-
15 dimientos para las fibras y telas de poliéster implican la
exposición al calor en aire, durante períodos variables.
Dicho calentamiento se emplea usualmente en teñir las fi-
bras, fijando las fibras con calor para estabilidad dimen-
sional mejorada y texturizando las fibras para característi-
cas de recuperación mejoradas de las telas tejidas. El tra-
20 tamiento de filamentos, fibras cortadas, mezclas, telas y
similares de poliéster, puede requerir someter el producto
de poliéster a temperaturas de hasta 230°C. Para un compor-
tamiento satisfactorio de estas fibras y telas en varias
25 aplicaciones finales, es por lo tanto un requerimiento esen-
cial la estabilidad del polímero frente a estas condiciones
de tratamiento.

Comúnmente, en la fabricación comercial de fila-
mentos, fibras y similares de poliéster, los filamentos pue-
30 den someterse a un tratamiento de fijación con calor a ten-

1 peraturas en el intervalo de 100 a 200°C después del esti-
ramiento de orientación del filamento, pero antes del tra-
tamiento para la aplicación final. Por ejemplo, la fijación
con calor de filamentos de poliéster rizados antes de cor-
5 tarse en fibras cortadas, se logra a menudo en el intervalo
de temperatura de 100 a 150°C y la fijación con calor de te-
las teñidas y no teñidas para lograr estabilidad dimensio-
nal, está típicamente en el intervalo de temperatura de 150
a 200°C.

10 Es por lo tanto la meta de aquellos expertos en
la técnica producir poliésteres térmicamente estables, que
tengan susceptibilidad al teñido mejorada sin la necesidad
de vehículos y la utilización de equipo costoso, mediante
una modificación sencilla de la molécula polímera básica.

15 Los poliésteres térmicamente estables que exhibieran dichas
propiedades serían muy útiles, teniendo valor comercial y
práctico significativo.

RESUMEN DE LA INVENCION

20 Las propiedades deseables tales como la suscepti-
bilidad mejorada al teñido, la estabilidad a la oxidación
térmica, la estabilidad a la luz y la solidez del colorante
a la luz, son impartidas a los poliésteres de condensación
lineales mediante la incorporación, en los mismos, de com-
puestos de hidantoína que tienen grupos polialcoxilados en-
25 lazados a los nitrógenos dentro del anillo básico de cinco
miembros. Un polímero eficaz particular de esta clase es
aquel en el cual el porcentaje en peso del grupo que contie-
ne hidantoína polialcoxilada es no mayor que aproximadamente
20% del peso del polímero. Se ha encontrado que las fibras
30 hiladas de poliésteres que contienen estos compuestos de hi-

1 dantoína muestran una mejora significativa con respecto a
las fibras obtenidas de poli(tereftalato de etileno) no mo-
dificado, mientras que al mismo tiempo, se retienen sustan-
cialmente las propiedades deseables de tales fibras de poli-
5 li(tereftalato de etileno).

Es por lo tanto un objeto de esta invención proporcionar poliésteres que tienen susceptibilidad al teñido, estabilidad a la oxidación térmica, estabilidad a la luz y solidez del colorante a la luz, incrementadas.

10 Es un objeto adicional de esta invención proporcionar un procedimiento para preparar poliésteres de poli(tereftalato de etileno) y derivados de los mismos, que exhiban las propiedades deseables anteriormente mencionadas.

Es otro objeto de esta invención proporcionar un nuevo poliéster, modificado con un compuesto de hidantoína polialcoxilada.

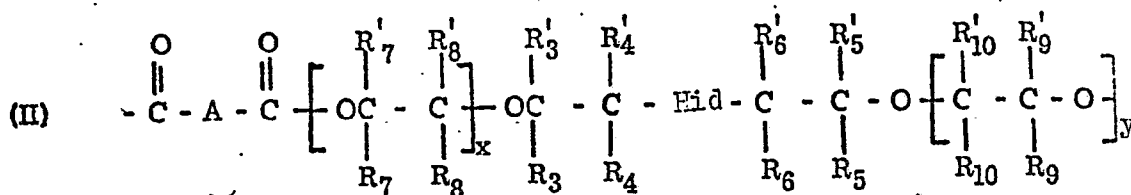
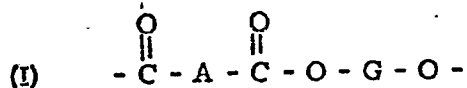
Es aún otro objeto de esta invención proporcionar un nuevo poliéster formador de fibra, modificado con un compuesto de hidantoína polialcoxilada.

20 Es otro objeto de esta invención proporcionar un nuevo procedimiento para mejorar las propiedades de poliésteres y particularmente poli(tereftalato de etileno), y derivados de los mismos, copolimerizando con los mismos un comonomero que tiene un compuesto de hidantoína polialcoxilada.

25 Es asimismo un objeto de esta invención proporcionar una nueva composición de materia, que tenga hasta 20% en peso de un compuesto de hidantoína polialcoxilada.

30 Estos y otros objetos se logran proporcionando homopolíesteres y copolíesteres en copolímeros tanto al

1. azar como de bloques, que tienen la fórmula:



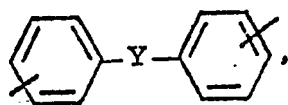
Fórmula I

en donde A se selecciona individualmente del grupo de radicales divalentes aromáticos que consta de

15



20

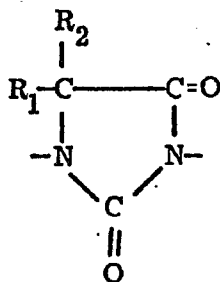


25

y radicales alquileo ramificados o lineales, que contienen de 4 a 10 átomos de carbono, y los grupos A pueden ser derivados más específicamente de ácido tereftálico, ácido isoftálico, p,p'-dicarboxilbifenilo, p,p'-dicarboxidifenilsulfona, p-p'-dicarboxidifenilmetano, y ésteres y semiésteres alifáticos, cicloalifáticos y arílicos, sales de amonio y amina, y los halogenuros de ácido de los compuestos anteriormente mencionados y similares. Son ejemplos de tales radica-

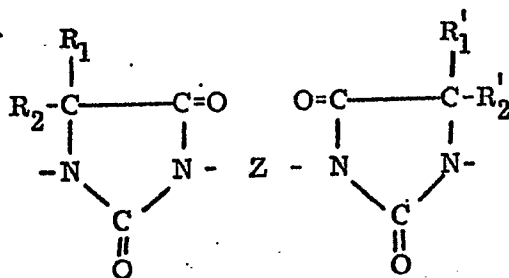
30

1 les alquilenos, aquellos derivados de ácido azelaico y ácido
 adípico, en donde Y se selecciona del grupo de radicales di-
 funcionales que consta de un alquilenos de C₁-C₄ ramificado
 o lineal, -O-, -S-, y -SO₂-, en donde G se deriva del grupo
 5 de radicales divalentes que consisten de un grupo alquilenos
 de C₂-C₁₀ ramificado o lineal y cicloalquilenos de C₅-C₁₀; y
 se derivan más específicamente de un glicol de la serie
 HO(CH₂)_nOH en donde n es un entero de 2 a 10, o glicoles
 cicloalifáticos con uno o más ácidos dicarboxílicos o deri-
 10 vados formadores de éster de los mismos, el símbolo "Hid"
 denota un radical de hidantoína difuncional, que tiene la si-
 guiente fórmula

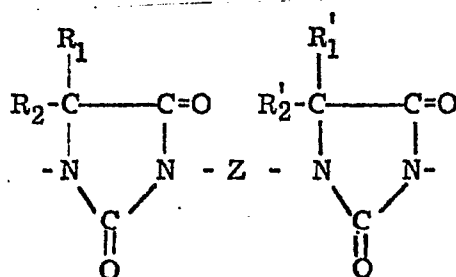


Fórmula II

"Hid" puede ser seleccionado también del grupo que consiste
 de



Fórmula IIa

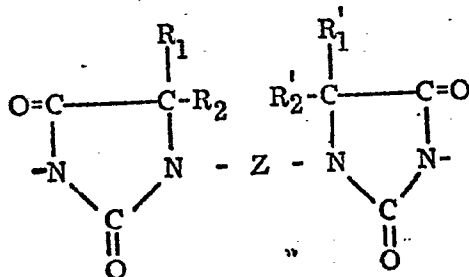


Formula IIb

30

1

5



Formula IIc

en donde Z es un radical seleccionado individualmente del grupo que consiste en radicales alquilo divalentes que contienen de 1 a 20 átomos de carbono, radicales arilo bivalentes que contienen de 6 a 10 átomos de carbono, radicales alquilarilo bivalentes que contienen de 6 a 20 átomos de carbono y cicloalquilo que contiene de 5 a 12 átomos de carbono; y R₁, R₂, R₁' y R₂' se seleccionan individualmente del grupo de radicales que consisten de hidrógeno, radicales arilo que contienen de 6 a 10 átomos de carbono, radicales alquilo que contienen de 1 a 20 átomos de carbono, y radicales cicloalquilo que contienen de 5 a 10 átomos de carbono, R₁ y R₂, R₁' y R₂' pueden ser conjuntamente un radical tetrametileno o un radical pentametileno, R₃, R₃', R₅, R₅', R₇, R₇' y R₉, R₉' se seleccionan individualmente del grupo de radicales que consiste en hidrógeno, radicales metilo, radicales etilo y radicales cicloalquilo saturados que contienen de 5 a 10 átomos de carbono; R₄, R₄', R₆, R₆', R₈, R₈', R₁₀, R₁₀' son hidrógeno o R₃ y R₄, R₅ y R₆, R₇ y R₈, R₉ y R₁₀ pueden ser conjuntamente un radical tetrametileno; en donde x es un entero de 0 a 20, y es un entero de 0 a 20 y la suma de x+y es por lo menos 1 y el porcentaje en peso de las unidades (II) es no mayor que 20.

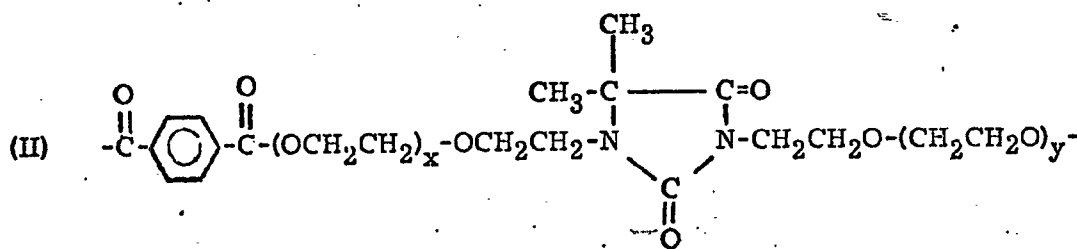
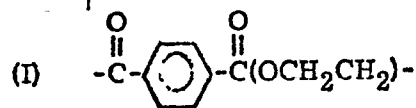
30

En una modalidad preferida, Hid está representado

1 por un radical bivalente mostrado como la fórmula II y R_1
 y R_2 son CH_3 , R'_3 , R_4 , R_5 , R'_5 , R_6 , R'_6 , R_7 , R'_7 , R_8 , R'_8 , R_9 ,
 R'_9 y R_{10} , R'_{10} son hidrógeno; la suma de x e y es un entero
 5 de 1 a 20 y muy preferiblemente es un entero de 4 a 15; A
 es



10 y G es $-CH_2-CH_2-$. Estos polímeros tienen las unidades es-
 estructurales periódicas o repetitivas:



Fórmula III

20

y el porcentaje en peso de las unidades II es de aproxima-
 damente 4 a aproximadamente 10 por ciento en peso del peso
 del copolímero total.

25

Son ejemplos de los alcoholes polivalentes que
 pueden emplearse para practicar la presente invención, etil-
 lenglicol, trimetilenglicol, y tetrametilenglicol, ciclohe-
 xano dimetanol, y similares. El polímero preferido es sin
 embargo el poli(tereftalato de etileno) debido a la fácil
 disponibilidad del ácido tereftálico o del tereftalato de
 30 dimetilo y el etilenglicol, a partir de los cuales se obtie-

1 ne. Tiene también un punto de fusión relativamente elevado, de aproximadamente 250°C a 265°C, y esta propiedad es particularmente conveniente en la fabricación de filamentos en la industria textil.

5

DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

Se hace ahora referencia a los dibujos anexos, en los cuales:

10

La figura 1 es una gráfica que muestra la intensidad del teñido en el eje de ordenadas (K/S) y en el eje de abscisas el porcentaje en peso de la unidad periódica del modificador estructural. Se muestra el efecto de la presencia de la unidad de hidantoína en la composición sobre la intensidad del teñido.

15

La figura 2 es una gráfica que muestra en el eje de ordenadas la viscosidad específica y como abscisas la temperatura (°C) de calentamiento durante 5 minutos. Se muestra la estabilidad térmica mejorada de las composiciones de esta invención.

,20

DESCRIPCION DE LAS MODALIDADES PREFERIDAS

25

Los poliésteres de condensación lineales y sintéticos contemplados en la práctica de la invención son aquellos formados básicamente a partir de ácidos dicarboxílicos y glicoles, y copoliésteres o modificaciones de estos poliésteres y copoliésteres. En un estado altamente polimerizado, estos poliésteres y copoliésteres pueden transformarse en filamentos y similares, y orientarse subsecuentemente en forma permanente por estiramiento. Entre los poliésteres y copoliésteres específicamente útiles en la presente invención se encuentran aquellos que resultan de hacer reaccionar uno o más de los glicoles de la serie $\text{HO}(\text{CH}_2)_n\text{OH}$, en

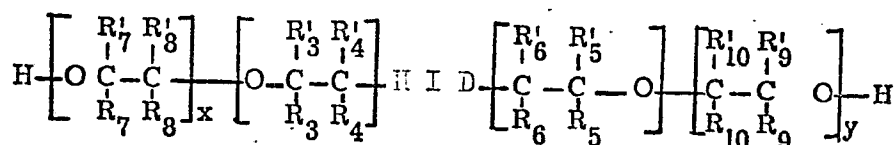
30

1 donde "n" es un número entero de 2 a 10, o glicoles ciclo-
alifáticos, con uno o más ácidos dicarboxílicos o sus deri-
vados formadores de éster. Entre los ácidos dicarboxílicos
y sus derivados formadores de éster, útiles en la presente
5 invención, pueden mencionarse ácido tereftálico, ácido isof-
tálico, ácido 2,6-naftalendicarboxílico, p,p'-dicarboxibife-
nilo, p,p'-dicarboxidifenilsulfona, p,p'-dicarboxildifenil-
metano, y los ésteres y semiésteres alifáticos, cicloalifá-
ticos y arílicos, y los halogenuros de ácido de los compues-
10 tos anteriormente mencionados, y similares, o mezclas de
estos compuestos. Son ejemplos de los alcoholes polivalentes
que pueden emplearse para practicar la presente invención,
etilenglicol, trimetilenglicol, y tetrametilenglicol, ciclo-
hexanodimetanol, y similares, o mezclas de estos compuestos.
15 El poli(tereftalato de etileno) modificado con un compuesto
de hidantoína, sin embargo, es el polímero preferido debido
a la fácil disponibilidad del ácido tereftálico o del teref-
talato de dimetilo y el etilenglicol, de los cuales se ob-
tiene. Tiene también un punto de fusión relativamente eleva-
do, de aproximadamente 250°C a 265°C, y esta propiedad es
20 particularmente deseable en la fabricación de filamentos en
la industria textil.

Se ha encontrado que la estabilidad térmica y la
susceptibilidad de teñido de estos poliésteres de condensa-
25 ción lineales, sintéticos, pueden mejorarse significativa-
mente mediante la incorporación de derivados de hidantoína
en la estructura polímera. Estos modificadores contienen
grupos polialcoxilados enlazados a cada uno de los nitróge-
nos dentro del anillo básico de 5 miembros.

30 Los derivados de hidantoína empleados en esta in-

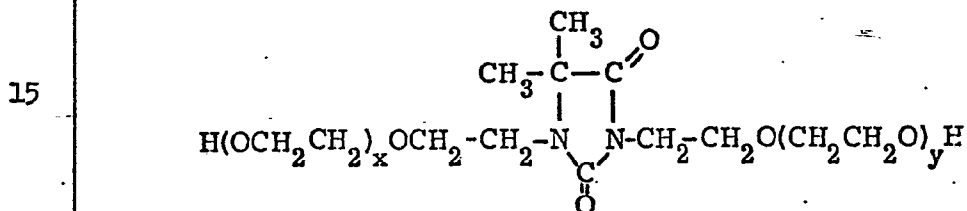
1. vención tienen la siguiente fórmula:



Fórmula IV

- en donde el símbolo "Hid" denota un radical de hidantoína difuncional, que tienen la estructura mostrada en las fórmulas II, IIa, IIb o IIc.

Una realización más preferida del derivado de hidantoína empleado en esta invención tiene la siguiente fórmula:



Fórmula V

- en donde la suma de x e y es un entero de 1 a 20 y más preferiblemente un número entero de 4 a 15.

Los derivados de hidantoína tienen enlazados a cada uno de los nitrógenos, un grupo de hidroxialquilo que tiene por lo menos dos átomos de carbono. Estos grupos resultan de hacer reaccionar con el anillo de hidantoína, una o más moles del óxido de etileno, óxido de propileno u óxido de butileno, óxido de ciclohexano, y/u óxido de acetileno en una polialcoxilación típica. La preparación de dichos derivados de hidantoína se describe en la patente canadiense 978.193.

1 Las propiedades mejoradas en los poliésteres que
contienen el derivado de hidantoína, se cree que resultan
del efecto combinado del anillo de 5 miembros y el grupo
5 polialcoxi que tiene por lo menos 2 átomos de carbono enla-
zados a cada uno de los nitrógenos de anillo. Estos grupos
polialcoxi se designan como x e y en la fórmula V. Se cree
que los grupos polialcoxi del derivado son responsables de
mejorar la susceptibilidad al teñido, mientras que el ani-
llo de 5 miembros funciona para mejorar la estabilidad tér-
10 mica. Si la suma de los componentes x+y excede apreciable-
mente de 30, el efecto benéfico del anillo disminuye y se
perjudica la estabilidad térmica.

Se ha encontrado que el amplio intervalo para el
componente x+y puede ser un número entero hasta de aproxi-
15 madamente 30, sin disminuir la contribución del anillo de
hidantoína, con un intervalo más intermedio de 1 a 20 y un
intervalo preferido de 4 a 15. Como el óxido de alquileno
no se incorpora uniformemente entre los dos nitrógenos en
una molécula dada o entre varias moléculas, los índices x
20 e y en las fórmulas representan el grado medio de poliadi-
ción de las varias cadenas de óxido de alquileno con dife-
rentes longitudes.

La cantidad del tereftalato de polietoxi-hidantoi-
na como unidad periódica mostrada como unidad II en la fór-
25 mula III, puede presentarse ampliamente como un modificador
en concentraciones de aproximadamente 0,5 a 20% en peso del
copolímero. Un intervalo más estrecho e intermedio es de
aproximadamente 2 a 15% en peso y preferiblemente de apro-
ximadamente 4 a aproximadamente 10% en peso, con base en el
30 peso del copolímero.

1 El uso en polímeros de los derivados de hidantoína
na diferentes de las aplicaciones contempladas en la presente, es conocido. Por ejemplo, la patente de EE.UU. número
3.856.754 describe homopoliésteres y copoliésteres que tie-
5 nen mayores temperaturas de transición vítrea, menores tem-
peraturas de fusión y temperaturas de ablandamiento, mos-
trando así mejores propiedades termomecánicas. La patente
de EE.UU. 3.893.979 se refiere a poliéter-uretanos que con-
tienen anillos de hidantoína, impartiendo la presencia de
10 tales anillos propiedades antiestáticas mejoradas y solidez
frente a la luz. Estos derivados de hidantoína de la téc-
nica anterior no producen las propiedades de poliéster me-
joradas obtenidas mediante el uso del modificador de hidan-
toína polialcoxilada contemplado por esta invención, según
15 se mostrará más adelante en los ejemplos que se acompañan.

Los derivados de hidantoína empleados en la prác-
tica de esta invención pueden estar presentes en el copolí-
mero como una distribución al azar o como un segmento de
bloques, o como una mezcla. Independientemente de la forma
20 de incorporación del derivado de hidantoína, se logran re-
sultados mejorados.

... Cuando se introduce la unidad estructural II en
el copoliéster a través de esterificación de un diol de
hidantoína polialcoxilada, las cadenas de polialcoxi son
25 no reactivas bajo condiciones de poliesterificación mientras
que las funcionalidades diólicas terminales son reactivas.
La unidad estructural II se presenta por lo tanto al azar
en las cadenas de copoliéster. La unidad estructural II
puede también introducirse mezclando dos homopoliésteres
30 que tienen como unidades periódicas, las unidades estructu-

1 rales I y II, respectivamente. En el estado fundido, las
unidades estructurales I y II de los dos homopolíesteres
experimentarán reacciones de intercambio de éster que dan
5 unidades I y II. En tiempos de reacción más cortos, el co-
poliéster estará constituido de segmentos de bloque que
contienen unidades estructurales periódicas I y II, respec-
tivamente. A tiempos de reacción más prolongados, la ocu-
rrencia de las unidades I y II en la cadena de copoliéster
10 se hará al azar.

Para preparar el polímero, pueden cargarse en el
recipiente de reacción el ácido dibásico o el éster que
forma su derivado, y el compuesto de hidantoína, al comien-
zo de la primera etapa de la reacción de esterificación, y
15 la reacción transcurre como en cualquier procedimiento de
polimerización de esterificación bien conocido.

Cuando se prepara el poliéster de un éster tal
como tereftalato de dimetilo, la primera etapa de la reac-
ción puede realizarse a 170°C-180°C y a una presión de 0 a
20 0,5 kg/cm² manométricos. Si el poliéster se prepara a par-
tir del ácido, tal como ácido tereftálico, la primera etapa
de reacción puede realizarse a aproximadamente 220°C a
260°C y a presiones que van de la atmosférica a aproxima-
damente 4,2 kg/cm² manométricos. El metanol o el agua despren-
25 didos durante la primera etapa de reacción se separan con-
tinuamente como un gas. Al completar la primera etapa, el
exceso de glicol, si es que hay alguno, se separa por des-
tilación antes de entrar a la segunda etapa de la reacción.

En una segunda etapa o etapa de polimerización,
30 la reacción puede conducirse a presiones reducidas y prefe-

1 riblemente en presencia de un gas inerte, tal como un man-
to o capa de nitrógeno sobre los reactivos, conteniendo el
manto menos de 0,003 por ciento de oxígeno. Para resultados
5 óptimos, se emplea una presión dentro del intervalo de menos
de 1 mm hasta 5 mm, de mercurio. Esta presión reducida es
necesaria para separar el etilenglicol libre y el agua que
se forman durante esta etapa de la reacción, siendo volati-
lizado el etilenglicol bajo estas condiciones y siendo sepa-
rado del sistema. La etapa de polimerización se conduce a
10 una temperatura en el intervalo de 220°C a 300°C. Esta eta-
pa de la reacción puede ser efectuada ya sea en el baño
fundido líquido o en la fase sólida. En la fase líquida,
particularmente, deben emplearse presiones reducidas con el
fin de separar el etilenglicol libre que emerge del políme-
15 ro, como resultado de la reacción de condensación.

Aunque el procedimiento de esta invención puede
conducirse intermitentemente, es particularmente adaptable
para usarse en la producción continua de poliésteres. En
la preparación de los poliésteres descritos, la primera eta-
20 pa de la reacción se realiza en aproximadamente 3/4 de hora
a 2 horas. El uso de un catalizador de intercambio de éster
es deseable cuando se inicia con tereftalato de dimetilo.
En ausencia de catalizador, pueden ser necesarios tiempos
de hasta 6 horas con el fin de completar esta fase de la
25 reacción. En la etapa de polimerización, puede emplearse
un tiempo de reacción de aproximadamente 1 a 4 horas, sien-
do óptimo un tiempo de 1 a 3 horas, dependiendo de la con-
centración del catalizador, la temperatura, la viscosidad
deseada, y similares.

30

Los poliésteres lineales de condensación, produ-

1 cidos de conformidad con la presente invención, tiene nor-
malmente viscosidades específicas del orden de aproximada-
mente 0,25 a 0,6, que representan los polímeros formadores
de fibra y filamento preferidos. Debe entenderse, por su-
5 puesto, que los polímeros no formadores de fibra pueden pro-
ducirse por medio de la presente invención, y estos tienen
una viscosidad en fusión mayor o menor que aquella anterior-
mente especificada.

Como se usa en la presente, el término "filamento"
10 es genérico, y no significa que se excluyan fibras corta-
das.

Como se usa en la presente, el término "poliéster"
es una composición de materia formadora de fibras que tiene
un polímero sintético, de cadena larga, que comprende por
15 lo menos 85% en peso de unidades estructurales I y II, como
se muestra en la fórmula I.

Las composiciones de poliéster modificadas de la
presente invención son útiles en la producción de artículos
conformados por extrusión, moldeo, o colada en la naturale-
za de hilos, fibras, películas, hojas, cojinetes, adornos
20 o similares. Son particularmente útiles en la producción de
fibras textiles térmicamente estables, que tienen suscepti-
bilidad de teñido mejorada, particularmente con colorantes
dispersos.

25 Los poliésteres de esta invención pueden producir-
se para formar filamentos y películas mediante métodos de
hilatura en fusión, y pueden entruirse o estirarse en el es-
tado fundido para producir productos que pueden ser estira-
dos subsecuentemente en una extensión de un porcentaje de
30 varios cientos de sus longitudes originales, con lo cual

1 pueden obtenerse estructuras molecularmente orientadas de
alta tenacidad. El producto de condensación puede enfriar-
se y triturarse y después volverse a fundir subsecuentemen-
te y tratarse para formar filamentos, películas, artículos
5 moldeados, y similares.

Alternativamente, los poliésteres de esta inven-
ción pueden tratarse a objetos conformados mediante méto-
dos de hilatura en húmedo, en donde los poliésteres se di-
suelven en un disolvente adecuado y la solución resultante
10 se extruye a través de una hilera a un baño constituido de
un líquido que extraerá el solvente de la solución. Como
resultado de esta extracción, el poliéster se coagula a un
material filamentososo. El material coagulado se retira del
baño y se somete después generalmente a una operación de
15 estiramiento con el fin de incrementar la tenacidad y de
inducir la orientación molecular en el mismo. Puede darse
a los filamentos orientados otros pasos de tratamiento y
procesado.

Si se desea producir artículos conformados de
20 los poliésteres de la presente invención que tengan un as-
pecto modificado o propiedades modificadas, pueden agregar-
se varios agentes al poliéster antes de la fabricación de
los artículos o aquellos agentes pueden incorporarse con
los reactivos iniciales. Tales agentes agregados podrían
25 ser plastificantes, agentes antiestáticos, agentes retar-
dadores del fuego, estabilizadores, y similares.

Un aspecto importante de la presente invención
es que el poli(tereftalato de etileno) puede modificarse
con el diol que contiene hidantoína, sin ningún cambio sus-
30 tancial en las condiciones de reacción empleadas normalmen-

1 te para preparar el poli(tereftalato de etileno) no modifi-
cado. Esta será una ventaja fácilmente evidente desde el
punto de vista de operación comercial. Los copolímeros re-
sultantes pueden hilarse y tratarse bajo condiciones que
5 no necesitan modificación sustancial con respecto a aque-
llas usadas para las fibras de poli(tereftalato de etile-
no) no modificado.

La eficiencia de agregar derivados de hidantoína
polialcoxilada a los polímeros fue determinada sometiendo
10 las composiciones preparadas, de una manera más adelante
discutida completamente, a uno o más de los siguientes en-
sayos. Los ensayos y sus procedimientos son como sigue:

ESTABILIDAD TÉRMICA

La estabilidad térmica se determinó en atmósfe-
ras de aire y nitrógeno, y esta propiedad se midió por dos
15 procedimientos diferentes. En un método se fregó tubería
tejida de punto, preparada de las fibras descritas en los
ejemplos siguientes, usando una relación de líquido a tela
de 40:1, en un baño acuoso de fregado que contenía 2 g/li-
tro de disolventes alifáticos de petróleo directos (Varsol),
20 1 g/litro de nonilfenoxipoli[etilenoxi]etanol, y 0,5
g/litro de hidróxido de sodio. La tubería se fregó durante
20 minutos a 93°C y se enjuagó en agua caliente, corriente.
La tubería se enjuagó después en un baño acuoso que conte-
25 nía 0,5 g/litro de ácido acético con una relación de líqui-
do a tela de 40:1, durante 10 minutos a 43°C. La tubería se
enjuagó en agua caliente, corriente, y se secó a 60°C. Se
permitió que las tuberías alcanzaran el equilibrio a las
condiciones ambientales durante por lo menos 24 horas. Se de-
30 terminó después la viscosidad específica de las muestras

1 de tubería fregadas.

Se determinó la estabilidad a la oxidación térmica mediante el calentamiento de la tubería en un horno de aire forzado a varias temperaturas, durante intervalos
5 de 5 y 15 minutos. La viscosidad específica de las fibras se determinó de nuevo después de este calentamiento. El cambio de viscosidad indica la estabilidad a la oxidación
10 térmica de las fibras. Para una composición copolímera dada, una disminución en la viscosidad después del calentamiento, indica la degradación por oxidación que da como resultado una reducción del peso molecular del copolímero.

En el segundo método, la estabilidad térmica se mide determinando la temperatura a la cual se inicia una
15 pérdida de pesos significativa del polímero debido a la degradación térmica. Las fibras se calientan en un analizador gravimétrico, térmico, en una atmósfera de aire o nitrógeno. La temperatura a la cual ocurre dicha pérdida inicial de peso en las fibras que contienen estructuras poli-
20 alcoxiladas, indica la estabilidad de las fibras a la degradación por oxidación térmica. Estas fibras se calentaron en incrementos de temperatura a 10°C por minuto en un aparato de análisis gravimétrico térmico de duPont, 950, con un caudal de aire o nitrógeno de 500 cm³ por minuto.

SOLIDEZ DEL COLOR A LA LUZ

25 El método de ensayo completo aparece en el American Association of Textile Chemists and Colorists Technical Manual vol 50, 1974, identificado como método de ensayo 16-1974. Las muestras teñidas se expusieron a una lámpara de arco de xenon enfriada por agua como se describe
30 en este ensayo. El grado de contraste entre la muestra ex-

1 puesta y la muestra no expuesta se graduó visualmente con-
tra el contraste de un par de piezas de papel que ilustran
los pasos del International Geometric Gray Scale for Eva-
luating Change in Color (Escala Geométrica de Grises Inter-
5 nacional para evaluar el cambio de color) y se obtuvo des-
pués la solidez del color a la luz para la muestra.

ANÁLISIS DE NITRÓGENO

Los porcentajes molares y los porcentajes en peso
de los derivados de hidantoína en los copolímeros pueden
10 confirmarse experimentalmente conociendo el porcentaje de
nitrógeno contenido en el derivado. Los derivados empleados
en esta invención antes de incorporarse en el polímero, con-
tienen de aproximadamente 1 a 10% en peso de nitrógeno, de-
pendiendo del grado de poli(alcoxilación). La determinación
15 del porcentaje de nitrógeno en el producto final refleja la
cantidad total del derivado que se ha hecho reaccionar o
que está contenido en este producto. Durante la polimeriza-
ción, la dimetil-hidantoína N-poli(alcoxilada) desplaza pre-
ferentemente el etilenglicol que se evapora más fácilmente.
20 El derivado de hidantoína que contiene nitrógeno entra en-
tonces en la cadena polímera. Del análisis de nitrógeno del
copolímero, puede confirmarse experimentalmente el porcen-
taje en peso de unidades repetitivas de dimetil-hidantoína
poli(alcoxilada) dentro de límites razonables.

VISCOSIDAD ESPECÍFICA

25 La viscosidad específica (η_{sp}) se mide a una con-
centración de 0,5 g/decilitro a menos que se establezca otra
cosa, del polímero en un disolvente que tiene una relación
en peso: 60% de fenol/40% de tetracloroetano, midiendo el
30 tiempo de flujo de salida usando un viscosímetro modificado

1 de Ostwald-Cannon-Fenske. El tiempo de flujo de salida del
 disolvente se mide similarmente y puede entonces calcular-
 se la viscosidad específica (η_{sp}) usando la fórmula

5
$$\eta_{sp} = \frac{\eta_{\text{solvente}}}{\eta_{\text{solución}}} - 1$$

INTENSIDAD DE TEÑIDO

La intensidad de teñido se midió de los valores
 de reflectancia de las telas teñidas con un colorante co-
 mercial normalizado, medida a 680 nm y expresadas como la
 10 relación entre el coeficiente de absorción y el coeficien-
 te de dispersión (K/S) calculado de la ecuación de Kubelka
 y Munk como se describe en Deane B. Judd y Gunter Wysjecki:
Color in Business, Science, and Industry, Third Edition,
 John Wiley, New York, 1975, páginas 420-438.

REGANANCIA DE HUMEDAD

La reganancia de humedad se midió determinando
 la cantidad de absorción de humedad después de que se se-
 caron las fibras. Toda la humedad se separa inicialmente,
 de manera que las fibras pueden considerarse como "hueso
 20 seco". La tubería de tejido de punto fregada se secó duran-
 te 24 horas a 115°C. La tubería se pesó y después se acondi-
 cionó en desecadores de vidrio conteniendo soluciones
 acuosas de sal saturadas en una cámara a temperatura con-
 trolada a 23°C, a una humedad relativa de porcentaje espe-
 25 cífico. Las muestras acondicionadas se volvieron a pesar
 y el porcentaje de ganancia adicional de humedad o la can-
 tidad de agua absorbida por la fibra seca se determina de
 las relaciones:

30
$$\% \text{ de ganancia adicional} = \frac{\text{peso húmedo} - \text{peso seco}}{\text{peso seco}} \times 100$$

1 Los ejemplos específicos siguientes servirán pa-
ra facilitar una mejor comprensión de la invención y una
apreciación de sus ventajas. Deberá comprenderse que los
ejemplos dados se dan a manera de ilustración únicamente
5 y no deben considerarse como limitativos del alcance de la
invención.

10 Las composiciones empleadas para ilustrar esta
invención se establecen más adelante en las Tablas I y II.
Debe advertirse que cada composición contiene una breve
descripción genérica. Esta descripción permite determinar
más fácilmente las composiciones de esta invención y dis-
tinguir las de la técnica anterior. La Tabla II incluye al-
gunas de las propiedades físicas más importantes de estas
composiciones tales como la relación de estiramiento, el
15 punto de fusión, la viscosidad específica, el denier y
las propiedades de tensión. También se indica el porcenta-
je de nitrógeno de ciertas composiciones.

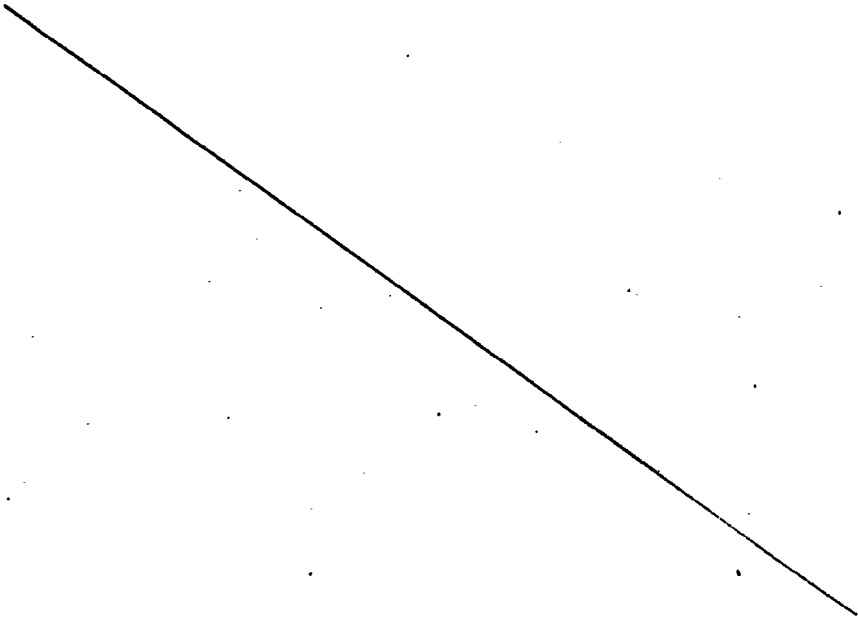


TABLA I

Composición	Operación No	Descripción de los productos polimerizados	Descripción del modificador	Porcentajes en peso del modificador con base en el peso calculado del polímero
A	172135	Poli(tereftalato de etileno)	Ninguno	Ninguno
t	CP289	"	"	"
B	172134	copolímeros de tereftalato de etileno preparados con diol de 5,5-dimetilhidantoina 1,3-poli(etoxilada)	x+y=5	5,61
C	172132	"	"	8,42
D	172107	"	"	11,24
L	P0101A	"	"	4,79

E	172131	"	x+y=10	1,68
F	172130	"	"	3,36
G	172125	"	"	5,59
H	172188	"	"	5,59
I	172108	"	"	11,18
J	175267	"	"	16,76
R	172187	"	"	4,97
m	P073A	"	"	4,78

TABLA I
(continuación)

Composición	Operación No.	Descripción de los productos polimerizados	Descripción del modificador	Porcentajes en peso del modificador con base en el peso calculado del polímero
q	CP287	copolímeros de tereftalato de etileno preparados con diol de 5,5-dimetilhidrotoleno 1,3-poli(etoxilada)	x+y=10	4,78
K	175243	"	x+y=15	3,35
u	180327	"	"	5,58
L	175266	"	"	8,37
M	175242	"	"	8,37
Q	175240	"	"	4,96
n	P0112A	"	"	4,78
N	180301	"	x+y=20	5,58
<hr/>				
S	175289	copolímeros de tereftalato de etileno preparados con poli(etioxi)diol	peso molecular=400	5,61
<hr style="border-top: 1px dashed black;"/>				
T	175295	"	peso molecular=600	3,36
U	175285	"	"	5,60

TABLA I
(continuación)

Composición	Operación N ^o .	Descripción de los productos polimerizados	Descripción del modificador	Porcentajes en peso del modificador con base en el peso calculado del polímero
V	175296	copolímeros de tereftalato de etileno preparados con polietioxi)diol	peso molecular=600	5,60
W	175293	"	peso molecular=600	8,39
r	CP290	"	peso molecular=600	4,78
X	175292	"	peso molecular=1000	5,58
Y	180303	copolímeros de tereftalato de etileno preparados con 1,1'-metilen-bis-2,3(beta-hidroxietil)-5,5-dimetilhidantoína	ninguno	5,62
Z	180322	"	"	11,28
a	180323	"	"	16,99
b	172124	copolímeros de tereftalato de etileno preparados con di(beta-hidroxietil)-5,5-dimetilhidantoína	ninguno	5,66
c	172123	"	"	11,42
d	172122	"	"	17,32

TABLA I
(continuación)

Composición	Operación nº.	Descripción de los Productos Polimerizados	Descripción del Modificador	Porcentajes en peso del modificador con base en el peso calculado del polímero
e	172140	copolímeros de tereftalato de etileno preparados con un agente terminador de cadena y ramificador de cadena de alcoxi poli(oxialquilen)glicol	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12,5}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{13,5}\text{H}$ pentaeritrita	5,0 0,125
P	P0120	"	"	"
s	CP286	"	"	"
f	172186	"	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12,5}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{13,5}\text{H}$ ácido azeláico pentaeritrita	3,0 2,1 0,075
o	P062F	"	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12,5}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{13,5}\text{H}$ ácido azeláico pentaeritrita	2,5 3,5 0,063
i	175249	homopolíster de ácido tereftálico y diol de 5,5-dimetilhidantoina 1,3-poli(etoxilada)	$x+y=10$	---

TABLA I
(continuación)

Composición	Operación N ^o .	Descripción de los Productos Polimerizados	Descripción del Modificador	Porcentajes en peso del modificador con base en el peso calculado del polímero
j	180315	homopolíster de ácido azeláico y diol de 5,5-dimetilhidantoína 1,3-poli(etoxilada)	x+y=10	---
v	98457	homopolíster de 1,3-di(carboxietil)5,5-dimetilhidantoína y 1,3-di(2-hidroxi-etil)-5,5-dimetilhidantoína	---	---
o	180311	Poli(tereftalato de etileno) con adición de un segundo homopolíster	composición i	6,3
P	180316	"	composición j	7,2
w	172115	"	composición v	7,7
k	180334	copolímero de tereftalato de butileno preparado con 5,5-dimetilhidantoína 1,3-poli(etoxilada)	x+y=10	4,4

TABLA II.- PROPIEDADES DEL POLÍMERO Y LA FIBRA

Compo- sición	Opera- ción No.	Rela- ción de estira- miento	Punto de fu- sión (°C)	η_{sp}	Por ciento en peso de nitrógeno	Propiedades de tracción de las fibras			
						Tenacidad (g/denier)	Alarga- miento (%)	Módulo (g/denier)	Denier
A	172135	5,0	253	0,301	ninguno	4,3	31,0	156	59
t	CP289	4,5	257	0,357	ninguno	4,2	28,4	72	168
B [#]	172134	5,0	245	0,354	0,35	4,6	29,4	139	43
C [#]	172132	5,0	243	0,385	0,47	5,3	23,3	132	31
D	172107	3,7	236	0,272	0,74	3,3	78,9	64	33
L ^{###}	PO101A	1,7	244	0,345	n.d.	3,9	30,9	n.d.	160
E [#]	172131	5,0	251	0,315	0,09	4,6	30,0	149	51
F [#]	172130	5,0	251	0,364	0,13	5,1	22,8	150	36
G [#]	172125	5,0	251	0,322	0,23	4,1	35,4	123	59
H	172188	5,0	250	0,338	0,19	4,1	33,6	140	78
I [#]	172108	4,5	244	0,335	0,50	3,4	55,8	86	59
J	175267	5,0	237	0,395	0,79	4,2	35,3	101	41
R [#]	172187	5,0	246	0,365	0,24	4,5	32,2	149	55

TABLA II (continuación)

Propiedades de tracción de las fibras

Compo- sición	Opera- ción No.	Rela- ción de estiramiento	Punto de fu- sión (°C)	η_{sp}	Por ciento en peso de nitrógeno	Tenacidad (g/denier)	Alarga- miento (%)	Módulo (g/denier)	Denier
M ^{##}	F073A	1,8	246	0,372	0,24	4,0	31,4	n.d.	160
q ^{###}	OT287	4,5	253	0,388	n.d.	4,1	35,7	62	173
K ^{##}	175243	5,0	249	0,342	0,11	4,6	18,9	134	41
u ^{##}	180327	5,0	253	0,325	0,17	4,2	22,7	127	63
L	175266	4,0	251	0,390	0,25	3,9	53,7	89	36
M ^{##}	175242	5,0	246	0,371	0,28	4,5	29,7	121	45
Q ^{##}	180340	5,0	251	0,333	0,17	4,4	27,0	137	54
n ^{###}	F0112A	1,8	248	0,338	n.d.	3,9	28,3	n.d.	160
N ^{##}	180301	5,0	255	0,322	0,15	3,9	27,4	125	63
S ^{##}	175289	5,0	248	0,341	ninguno	4,4	29,9	134	67
T ^{##}	175295	5,0	254	0,342	ninguno	4,3	27,4	133	61
U ^{##}	175285	5,0	252	0,319	ninguno	4,2	28,1	121	74
V	175296	5,0	252	0,356	ninguno	4,1	26,1	130	69

TABLA II (continuación)

Propiedades de tracción de las fibras

Compo- sición	Opera- ción No.	Rela- ción de estira- miento	Punto de fu- sión (°C)	n_{sp}	Por ciento en peso de nitrogeno	Tenacidad (g/denier)	Alarga- miento (%)	Módulo (g/denier)	Denier
W ^{##}	175293	5,0	251	0,352	ninguno	4,0	30,6	114	55
r ^{###}	CP290	4,6	253	0,346	ninguno	3,9	37,6	52	170
X ^{##}	175292	5,0	253	0,326	ninguno	4,6	26,2	132	41
Y	180303	4,5	247	0,329	n.d.	4,2	36,2	128	44
Z	180322	5,0	239	0,231	1,58	3,9	29,2	125	76
a	180323	5,0	229	0,216	2,38	3,7	25,6	102	94
b	172124	5,0	240	0,262	0,95	3,7	33,0	114	58
c	172123	5,0	229	0,345	1,46	3,9	18,4	117	38
d	172122	5,0	213	0,319	2,07	3,5	26,6	106	51
e ^{##}	172140	5,0	250	0,299	ninguno	4,2	20,6	172	72
p ^{###}	PO120	4,0	252	0,361	ninguno	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
s ^{###}	CP206	4,0	253	0,357	ninguno	3,1	23,9	66	188
f ^{###}	172105	5,0	244	0,337	ninguno	4,4	26,6	152	60

TABLA II (continuación)

		Propiedades de tracción de las fibras							
Compo- sición	Opera- ción No.	Rela- ción de estira- miento	Punto de fu- sión (°C)	η_{sp}	Por ciento en peso de nitrógeno	Tenacidad (g/denier)	Alarga- miento (%)	Módulo (g/denier)	Denier
o	F062F	2,0	n.d.	0,371	ninguno	3,2	31,0	n.d.	145
i	175249	n.s.	n.d.	0,411	n.d.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
j	180315	n.s.	n.d.	0,158	n.d.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
v	98457	n.s.	n.d.	0,134	n.d.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
o	180311	5,0	256	0,298	0,30	3,8	33,3	118	96
p	180316	5,0	255	0,223	0,39	2,4	28,4	81	211
w	172175	5,0	253	0,264	1,04	2,9	6,1	130	104
k	180334	5,0	218	0,399	0,16	3,1	35,7	33	174

n.d. = no se determinó

n.s. = no es hilable

~~x~~ 134 ppm

~~y~~ 100 ppm

~~z~~ 220 ppm

~~aa~~ 536 ppm

Cantidad de un antioxidante de caucho, 4,4'-butilideno-bis(6-ter-butil-m-cresol),
agregado al polímero

1 Los siguientes ejemplos específicos ilustran la forma de preparación de las composiciones y fibras indicadas en las Tablas I y II, respectivamente.

Ejemplo 1.- Preparación de la Composición A

5 Este ejemplo es una fibra de poli(tereftalato de etileno) no modificada, preparada de la manera siguiente:

10 Se usó un prepolímero de poli(tereftalato de etileno) que no contiene aditivos diferentes de 234 ppm de antimonio como catalizador de policondensación. Este prepolímero tenía una viscosidad específica de 0,168 medida en 2 g de prepolímero por decilitro de fenol/tetracloroetano (60/40) a 25°C, contenía 616 miliequivalentes/g de grupos carboxilo, contenía 1,43% en moles de dietilenglicol con base en el contenido de tereftalato y tenía una relación de etilenglicol a ácido tereftálico de 1,33.

15 Se colocaron 200 g del prepolímero de poli(tereftalato de etileno) anterior en un autoclave de acero inoxidable de 900 ml, que había sido purgado por nitrógeno y calentado a 265°C a aproximadamente 8°C/minuto. A 265°C, el autoclave se evacuó a una presión de 1 mm. de Hg o menos y la policondensación se continuó con agitación hasta que la viscosidad específica del polímero en fenol/tetracloroetano (60/40) a 25°C y 0,5 g/dl alcanzó 0,3 a 0,4. El polímero fundido se extruyó después a 275°C a través de una hilera que tenía 10 agujeros, cada uno de un diámetro de 330 micras, a un baño de enfriamiento con agua y después se empaquetó, después de la aplicación de un acabado de hilatura. El haz filamentoso se estiró después a una velocidad de alimentación de 244 m/minuto sobre un perno calentado a 80°C, con una relación de estiramiento de 5. El haz de filamentos con-

20

25

30

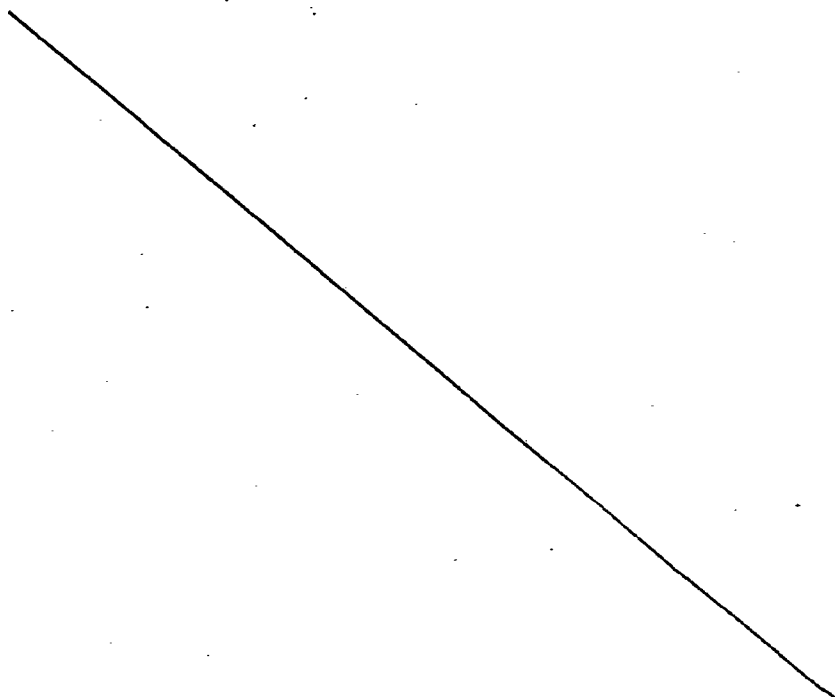
1 tinuos se tejió posteriormente a tejido de punto a una te-
la sobre una tejedora Lawson Fiber Analysis Knitter con una
cabeza de calibre 70 y 89 cm. por curso.

Ejemplo 2.- Preparación de las Composiciones B, C, D, E, F,

5 G, H, I, J, L, M, N, y u

10 El propósito de este ejemplo es preparar composi-
ciones de esta invención. Los copolímeros de tereftalato
de etileno que incorporan derivados de hidantoína polialco-
xilados, es decir dimetilhidantoínas poli(etoxiladas), se
prepararon formando un copolímero a partir de una mezcla
de polímero de poli(tereftalato de etileno) y diol de hi-
dantoína copolimerizando la mezcla de conformidad con las
condiciones descritas en el ejemplo I anterior. El modifi-
cador de hidantoína corresponde a la fórmula V.

15 La Tabla III que se expone más adelante muestra
la relación de $x+y$, la concentración de reactivos y el por-
centaje molar y porcentaje en peso de la unidad repetitiva
de tereftalato de hidantoína polialcoxilada.



1

TABLA IIIReactivos

	Composición	x+y	Prepolímero gramos	Diol de hidantoína, gramos	% molar	% en peso
5	B	5	190	10	2,59	7,28
	C	5	185	15	4,00	10,93
	D	5	180	20	5,47	14,58
	E	10	197	3	0,50	2,00
	F	10	194	6	1,01	4,02
10	G	10	190	10	1,72	6,70
	H	10	190	10	1,72	6,70
	I	10	180	20	3,64	13,39
	J	10	170	30	5,78	20,08
	K	15	194	6	0,76	3,85
15	u	15	190	10	1,29	6,41
	L	15	185	15	1,99	9,61
	M	15	185	15	1,99	9,61
	N	20	190	10	1,03	6,24

20

El porcentaje molar y el porcentaje en peso que aparecen en esta Tabla son los porcentajes de la unidad estructural II mostrada en la fórmula III, con base en el peso de copolímero calculado.

Ejemplo 3.- Preparación de las Composiciones Q, R

25

El propósito de este ejemplo es mostrar que los copolímeros de esta invención pueden prepararse mediante reacción de esterificación directa. En el ejemplo 2, la esterificación se realiza por copolimerización, en donde el derivado de hidantoína polialcoxilado se hace reaccionar con un prepolímero de poli(tereftalato de etileno) para formar

30

1 el copolímero de esta invención. Los copolímeros que ilustran esta invención pueden también prepararse mediante intercambio de éster entre el tereftalato de dimetilo y un diol divalente y un diol de hidantoína.

5 Los copoliésteres de tereftalato de etileno se prepararon por esterificación de los componentes diácidos y los componentes diólicos. Los siguientes componentes de esterificación se cargaron en un autoclave de acero inoxidable y el autoclave se purgó con nitrógeno.

10	<u>Constituyentes usados para preparar la composición Q</u>	<u>Constituyentes usados para preparar la composición R</u>
	166 gramos de ácido tereftálico	166 gramos de ácido tereftálico
	75 gramos de etilenglicol	75 gramos de etilenglicol
	10 gramos de diol de hidantoína (x+y=15)	10 gramos de diol de hidantoína (x+y=10)
15	0,1 gramos de catalizador	0,1 gramos de catalizador
	0,1 gramos de acetato de litio .4H ₂ O	0,1 gramos de acetato de litio .4H ₂ O
	0,024 gramos de antioxidante	0,024 gramos de antioxidante

20 Como se usa en la presente el catalizador y el antioxidante anteriormente mencionados en los ejemplos son: catalizador, un compuesto que tiene la siguiente fórmula: 2,2-etilen-dioxibis[1,3,2-dioxaestibolano] y antioxidante, 4,4'-butiliden-bis(6-ter-butyl-m-cresol).

25 Los reaccionantes se calentaron a 240-250°C bajo una presión de 7,7 kg/cm² durante un período de 45 minutos, con agitación. La presión se redujo a presión atmosférica durante un período de 75 minutos, mientras que la temperatura se incrementaba a 270-280°C. La polimerización se continuó después a una presión reducida de menos de 1 mm. de

30

1 Hg durante aproximadamente 60 minutos. Después se hilaron y se estiraron fibras como se describe en el ejemplo 1.

5 La Tabla IV expuesta más adelante muestra la relación de $x+y$ y el porcentaje molar y el porcentaje en peso de los modificadores de hidantoína incorporados en las composiciones Q y R. Estos modificadores tienen la estructura mostrada como fórmula V.

CUADRO IV

	<u>Composición</u>	<u>$x+y$</u>	<u>% molar</u>	<u>% en peso</u>
10	Q	15	1,14	5,70
	R	10	1,52	5,95

El porcentaje molar y el porcentaje en peso que aparecen en esta Tabla son los porcentajes de la unidad estructural II mostrada en la fórmula III.

15 Ejemplo 4.- Preparación de composiciones S, T, U, V, W y X

Este ejemplo ilustra la preparación de polímeros que contienen un modificador de polietilenglicol tal como se describe en la patente de EE.UU. 2.744.087. Los copolímeros de tereftalato de etileno que contienen poli(etoxi)diol se prepararon copolimerizando el poli(etoxi)diol y el prepolímero de poli(tereftalato de etileno) en un autoclave, 20 bajo las condiciones descritas en el ejemplo 1.

La Tabla V que figura más adelante muestra la concentración de los reaccionantes y el porcentaje molar y el 25 porcentaje en peso de la unidad repetitiva de poli(etoxi)tereftalato.

1

TABLA V

Compo- sición	Peso molecular		Reaccionantes		% molar	% en peso
	promedio del	poli(óxido de	Prepolimero	Poli-		
	etileno)-diol	(gramos)	(etoxi)	diol)(g)		
5	S	395,6 (a)	190	10	2,86	7,46
	T	600 (b)	194	6	1,11	4,08
	U	600 (b)	190	10	1,89	6,81
	V	600 (b)	190	10	1,89	6,81
	W	600 (b)	185	15	2,91	10,21
10	X	1.000 (c)	190	10	1,13	6,31

Las expresiones porcentaje molar y porcentaje en peso que aparecen en este cuadro son los porcentajes de la unidad estructural derivada del ácido tereftálico y el poli(óxido de etileno)-diol.

15

(a) "Carbowax Polyethylenglicol 400"

(b) "Carbowax Polyethylenglicol 600"

(c) "Carbowax Polyethylenglicol 1000"

Ejemplo 5.- Preparación de las composiciones Y, Z, a.

20

Este ejemplo ilustra la preparación de polímeros que contienen derivados de hidantoína tales como los descritos en la patente de EE.UU. 3.856.754. Los copoliésteres de tereftalato de etileno y 1,1'-metilen-bis- $\left[3-(\beta\text{-hidroxietil})-5,5\text{-dimetil-hidantoína}\right]$ se prepararon copolimerizando el diol de hidantoína y el prepolímero de poli(tereftalato de etileno) en un autoclave, de una manera descrita en el ejemplo 1.

25

30

La Tabla VI expuesta más adelante, muestra la concentración de los reaccionantes y el porcentaje molar y el porcentaje en peso de la unidad repetitiva tereftalato de 1,1'-metilen-bis $\left[3-(\beta\text{-oxietil})-5,5\text{-dimetilhidantoína}\right]$.

1

TABLA VI
Reaccionantes

Composición	Prepolímero (gramos)	Diol de hidantoína (gramos)	% molar	% en peso
Y	190	10	3,18	7,67
Z	180	20	6,70	15,39
a	170	30	10,65	23,19

5

10

El porcentaje molar y el porcentaje en peso que aparecen en esta tabla son los porcentajes de la unidad estructural derivada del ácido tereftálico y el diol de hidantoína.

Ejemplo 6.- Preparación de las composiciones b, c, d.

15

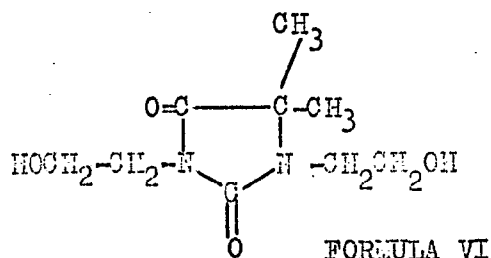
Este ejemplo ilustra la preparación de copolímeros que contienen el miembro más sencillo de la serie de hidantoína etoxilada agregado a la cadena polímera.

20

Los copoliésteres de tereftalato de etileno y tereftalato de di(beta-oxietil)-5,5-dimetilhidantoína se prepararon copolimerizando el diol de hidantoína y el prepolímero de poli(tereftalato de etileno) en un autoclave de conformidad con las condiciones descritas en el ejemplo 1.

25

Estos copolímeros contienen el miembro más sencillo de la serie de hidantoína etoxilada que tiene la siguiente fórmula



30

1 La Tabla VII siguiente muestra la concentración de los reaccionantes y el porcentaje molar y el porcentaje en peso de la unidad repetitiva tereftalato de di(beta-oxietil)-5,5-dimetilhidantoína.

5 TABLA VIIReaccionantes

Composición	Prepolímero (gramos)	Diol de hidantoína (gramos)	% molar	% en peso
10 b	190	10	5,24	9,06
c	180	20	11,05	18,29
d	170	30	17,56	27,74

15 El porcentaje molar y el porcentaje en peso que aparecen en este cuadro son los porcentajes de la unidad estructural derivada del ácido tereftálico y el diol de hidantoína.

Ejemplo 7.- Preparación de las composiciones e, f.

20 Este ejemplo ilustra la preparación de polímeros que contienen agentes terminadores de cadena y ramificadores de cadena tales como los descritos en las patentes de EE.UU. 2.895.946 y 2.905.657. Las fibras que tienen la composición e se prepararon polimerizando un polímero como se describe en el ejemplo 1, y las fibras que tienen la composición f se polimerizaron de una manera descrita en el ejemplo 3. Estos dos copoliésteres se hilaron después desde un autoclave de laboratorio, de la manera descrita en el ejemplo 1. Se copolimerizaron las siguientes cantidades de reaccionantes.

25

30

	Constituyentes usados para preparar la composición e	Constituyentes usados para preparar la composición f
1	164 g. de ácido tereftálico	162,5 g de ácido tereftálico
	366 g de etilenglicol	4,2 g de ácido azelaico
5	0,1 g de catalizador	75 g de etilenglicol
	0,045 g. de acetato manganeso $\cdot 4H_2O$	0,1 g de catalizador
	0,45 g de abrillantador óptico.	0,024 g de antioxidante
	0,02 g de antioxidante	6,0 g de $H-(OCH_2CH_2)_{13,5}-O-(CH_2)_{12,5}-CH_3$
10	0,05 g de carbonato de litio	0,150 g de pentaeritrita
	0,25 g de pentaeritrita	3 gotas de fosfito de trifenilo
	10 g de $CH_3-(CH_2)_{12,5}-O-(CH_2CH_2O)_{13,5}H$	0,045 g de acetato manganeso $\cdot 4H_2O$
15	3 gotas de fosfito de trifenilo.	

Como se usa en la presente, el aditivo de abrillantador óptico anteriormente mencionado en los ejemplos es triazofenol-cumarina.

20 Ejemplo 8.- Preparación de la composición i

Este ejemplo ilustra la preparación de un homopolíéster preparado de ácido tereftálico y un diol de hidantoína polialcoxilada. Esta es una composición en donde el porcentaje en peso de la unidad estructural II en la fórmula III es 100%.

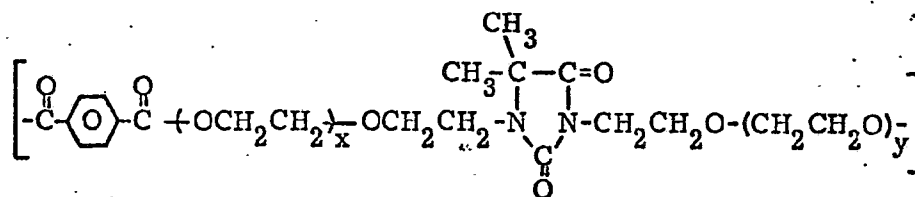
25 Se cargaron los siguientes reactivos en un autoclave de acero inoxidable.

150 g. de la dimetilhidantoína polietoxilada
($x+y=10$)

30 40 g. de ácido tereftálico

- 1 0,1 g de catalizador
 0,1 g de acetato de litio $\cdot 4H_2O$
 0,04 g de antioxidante

5 El autoclave se purgó con nitrógeno. Los reac-
 cionantes se calentaron a 265°C y a una presión de 7,38
 kg/cm² durante un período de 95 minutos, con agitación. La
 presión se redujo a la atmosférica durante un intervalo de
 25 minutos. La polimerización se continuó después a una pre-
 10 sión reducida de menos de 1 mm de Hg durante 160 minutos a
 265°C. Esta composición tenía la siguiente fórmula:



15

en donde $x+y=10$

Fórmula VII

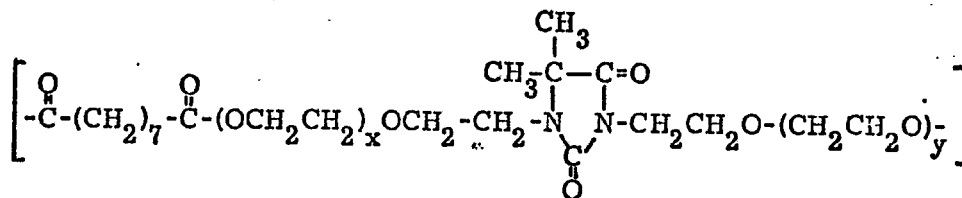
Ejemplo 9.- Preparación de la Composición j

20 Este ejemplo ilustra la preparación de un homopo-
 líster de diol de hidantoína polialcoxilada y un ácido ali-
 fático, v.gr, ácido azeláico como reaccionantes. Esta es
 una composición en la cual "A" en la fórmula I no es un ra-
 dical aromático. En esta composición, el porcentaje en peso
 de una unidad estructural II en la fórmula III es 100%.

25 Se cargaron los siguientes reactivos en un auto-
 clave de acero inoxidable.

- 150 g de dimetilhidantoína polietoxilada ($x+y=10$)
 45,17 g de ácido azeláico
 0,05 g de catalizador
 30 0,10 g de antioxidante

1 El autoclave se purgó con nitrógeno. Los reaccio-
nantes se calentaron a 220°C y 4,57 kg/cm² de presión duran-
te un intervalo de 60 minutos, con agitación. La presión se
redujo a la atmosférica durante un intervalo de 45 minutos.
5 La polimerización se continuó después a presión reducida in-
ferior a 1 mm de Hg durante 215 minutos a 225°C. Este homo-
poliéster se preparó mediante la esterificación directa del
derivado de hidantoína polialcoxilado que tiene la estruc-
tura mostrada en la fórmula V, y ácido azeláico. Esta compo-
10 sición tiene la siguiente fórmula:



15

en donde $x+y=10$

Fórmula VIII

20 Las composiciones i y j ilustran la preparación
de polímeros que están constituidos totalmente de la unidad
estructural II. Estos polímeros pueden después agregarse
a la unidad I para formar una mezcla o un copolímero de
bloque de las dos unidades estructurales.

Ejemplo 10.- Preparación de la composición k

25 Esta composición ilustra la preparación de un co-
polímero que tiene la estructura mostrada en la fórmula I,
en donde "G" es una unidad diferente de etileno.

30 Se preparó un copolíéster de tereftalato de buti-
leno y tereftalato de hidantoína polietoxilada. Se cargó un
autoclave de acero inoxidable con los siguientes reactivos:

1 194 g de tereftalato de dimetilo
270 g de butano-diol
10 g del derivado de hidantoína que tiene la
fórmula V, ($x+y=10$)

5 0,10 g de acetato manganeso $\cdot 4H_2O$
0,17 g de ortotitanato de tetrabutilo
0,03 g. de antioxidante

Los reaccionantes se calentaron a $170^{\circ}C-180^{\circ}C$ y se recogió destilado de metanol durante 75 minutos. La temperatura se incrementó a $248^{\circ}C$ durante un intervalo de 120 minutos y se mantuvo en $248^{\circ}C$ durante 30 minutos mientras se recogía el destilado. La polimerización se continuó a $248^{\circ}C$ y una presión de menos de 1 mm de Hg durante 30 minutos.

15 Ejemplo 11.- Preparación de las composiciones l, m, n.

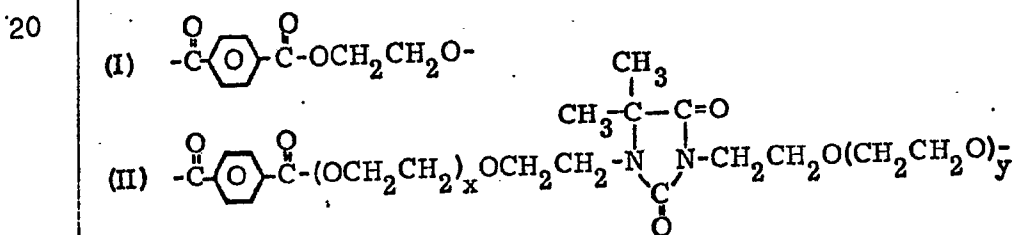
Este ejemplo ilustra la polimerización continua de las fórmulas que tienen diferentes relaciones molares. La invención aquí descrita puede practicarse en formas tanto continua como intermitente.

20 Los copolímeros de poli(tereftalato de etileno) se prepararon en una unidad de polimerización continua a escala de laboratorio. Se alimentó continuamente una suspensión de ingredientes a un reactor agitado, hecho funcionar a 14 kg/cm^2 y a $270^{\circ}C$. La suspensión alimentada a este sistema de polimerización consiste principalmente en ácido tereftálico y etilenglicol en una relación 1/2 molar. Las composiciones de estos copolímeros se dan en la Tabla VIII como porcentajes en peso con base en el peso teórico del polímero. Después de un tiempo de permanencia medio de 2 horas,
25
30 ras, la mezcla se dosifica a una columna de 7 platos de bur-

1 bujeo con caperuza pasando hacia abajo a 280°C contra un
 flujo en contracorriente de 7500 cc/min de nitrógeno seco.
 El polímero de bajo peso molecular resultante, se dosifica
 a un reactor tubular horizontal agitado por un agitador de
 5 tipo de jaula. El tiempo de permanencia medio en este reac-
 tor final es de aproximadamente 2 horas, las temperaturas
 y/o presiones se ajustan para dar una viscosidad específi-
 ca final del polímero de entre 0,3 y 0,4. Las temperaturas
 son comunmente de 275 a 290°C, y las presiones son comunmen-
 10 te de 1 a 10 mm de Hg. Se separan agua y glicol continuamen-
 te de todas las etapas de la polimerización.

Los caudales de alimentación se ajustan durante
 toda la operación para producir aproximadamente 2,26 kg/ho-
 ra de copolímero. El polímero fundido se extruye en una he-
 15 bra, se enfría en agua y se corta en nódulos. Los nódulos
 se secan bajo calor y vacío hasta un contenido de humedad
 de menos de 0,005%.

Estas composiciones tienen la siguiente fórmula:



25

Fórmula IX

en donde las unidades I, II, x e y son como sigue:

30

1

TABLA VIII

<u>Composición</u>	<u>% de unidad I</u>	<u>% de unidad II</u>	<u>x+y</u>
l	93,79	6,21	5
m	94,27	5,73	10
5. n	94,51	5,49	15

Se hicieron reaccionar ácido tereftálico, etilenglicol y diol de hidantoína polietoxilada, junto con los siguientes aditivos y modificadores, produciendo las composiciones anteriores:

10	<u>Composición l</u>	catalizador	493 ppm
		antioxidante	100 ppm
		dióxido de titanio	2.593 ppm
		fosfito de trifenilo	292 ppm
		antiespumante	91 ppm
15	<u>Composición m</u>	catalizador	496 ppm
		antioxidante	100 ppm
		dióxido de titanio	2.678 ppm
		fosfito de trifenilo	291 ppm
		antiespumante	91 ppm
20		acetato manganeso	
		.4H ₂ O	227 ppm
		carbonato de litio	75 ppm
25	<u>Composición n</u>	catalizador	491 ppm
		antioxidante	100 ppm
		dióxido de titanio	2.584 ppm
		fosfito de trifenilo	291 ppm
		antiespumante	91 ppm

30. Como se usa en la presente, el aditivo antiespumante a que se hizo referencia en los ejemplos, es un complejo de silicona identificado como "Y-30".

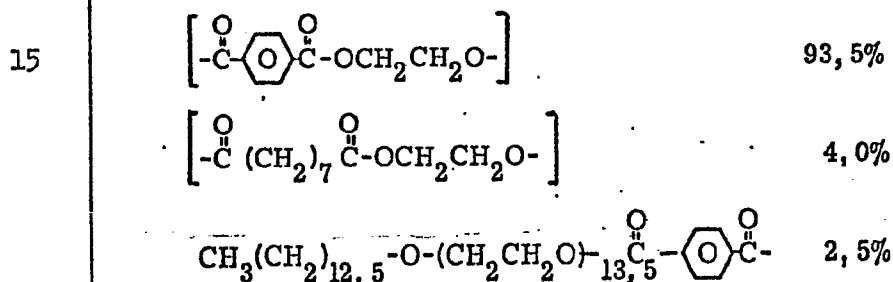
1 Ejemplo 12, Composición o

Este ejemplo y el ejemplo 13 ilustran la preparación de copolímeros de la técnica anterior, que contienen agentes terminadores de cadena y ramificadores de cadena.

5 El poli(tereftalato de etileno) se modificó mediante la adición de los siguientes aditivos y modificadores:

	pentaeritrita	625 ppm
	acetato manganeso $\cdot 4H_2O$	225 ppm
10	antioxidante	100 ppm
	dióxido de titanio	2900 ppm

Esta composición modificada tiene la siguiente fórmula:



20

Fórmula X

Ejemplo 13.- Composición p

El poli(tereftalato de etileno) se modificó mediante la adición de los siguientes aditivos y modificadores:

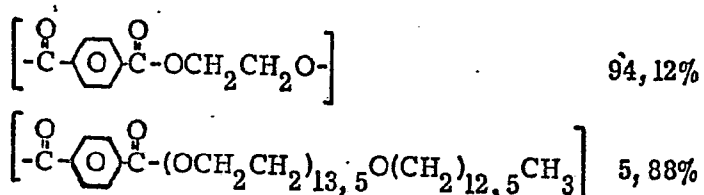
25

	pentaeritrita	1257 ppm
	catalizador	490 ppm
	dióxido de titanio	3014 ppm
	carbonato de litio	81 ppm
30	antioxidante	100 ppm

1	antiespumante	91 ppm
	fosfito de trifenilo	295 ppm

Esta composición modificada tiene la siguiente fórmula:

5



10

Fórmula XI

Ejemplo 14, Composiciones c, r, s, t

15 Estas composiciones se polimerizaron de la manera descrita en el ejemplo 10. El propósito de este ejemplo es obtener una comparación de las fibras de diferentes composiciones preparadas bajo otro juego de condiciones.

La composición q es una composición de esta invención y se usaron los siguientes reaccionantes:

20	catalizador	496 ppm
	dióxido de titanio	2678 ppm
	fosfito de trifenilo	291 ppm
	abrillantador	228 ppm
	antioxidante	100 ppm
	antiespumante	91 ppm

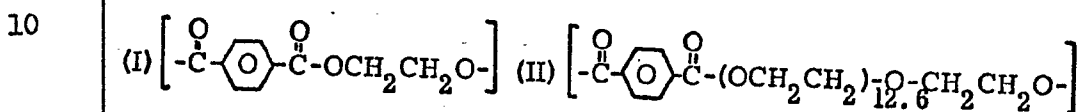
25 La composición tiene la fórmula IX, en donde el porcentaje en peso de la unidad estructural I es de 94,27%, el porcentaje en peso de la unidad estructural II es de 5,73%, y $x+y=10$.

30 La composición r es otra composición de la técnica anterior, tal como se describe en la patente de EE.UU.

1 2.744.087 y se usaron los siguientes reactivos:

	Catalizador	496 ppm
	dióxido de titanio	2678 ppm
	fosfito de trifenilo	291 ppm
5	abrillantador	228 ppm
	antioxidante	100 ppm
	antiespumante	91 ppm

Esta composición tiene la siguiente fórmula:



Fórmula XII

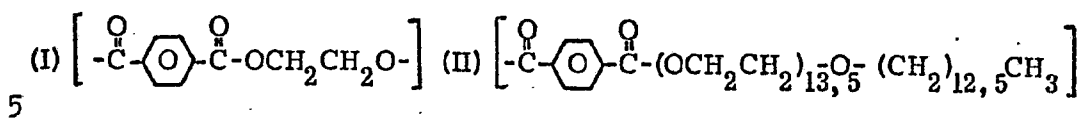
15 en donde el porcentaje en peso de la unidad estructural I es de 94,10% y el porcentaje en peso de la unidad estructural II es de 5,82%.

La composición es otra composición de la técnica anterior que contiene agentes ramificadores de cadena y terminadores de cadena y se usaron los siguientes reactivos:

20

	pentaeritrita	1262 ppm
	catalizador	490 ppm
	dióxido de titanio	2578 ppm
25	fosfito de trifenilo	295 ppm
	abrillantador	226 ppm
	antioxidante	100 ppm
	antiespumante	91 ppm
	carbonato de litio	75 ppm
30	acetato manganeso $\cdot 4\text{H}_2\text{O}$	228 ppm

1 Esta composición tiene la siguiente fórmula:



Fórmula XIII

10 en donde el porcentaje en peso de la unidad estructural I es de 94,12% y el porcentaje en peso de la unidad estructural II es de 5,88%.

La composición t es poli(tereftalato de etileno) no modificado en donde se usaron los siguientes reaccionantes:

-15	catalizador	514 ppm
	dióxido de titanio	2704 ppm
	fosfito de trifenilo	309 ppm
	abrillantador	238 ppm

Ejemplo 15.- Preparación de las composiciones O y P.

20 Este ejemplo ilustra la preparación de copolímeros de bloque y mezclas. El propósito de este ejemplo es mostrar que el efecto benéfico del derivado de hidantoína polialcoxilado puede obtenerse modificando el poli(tereftalato de etileno) por medios diferentes de la copolimerización al
25 azar.

Cada una de estas composiciones se obtuvo preparando primero dos cargas separadas de 200 g. del prepolímero de poli(tereftalato de etileno), de una manera descrita en el ejemplo 1. Cuando la viscosidad específica alcanzó 0,35 a
30 0,40, se agregaron a la primera carga aproximadamente 12 g de

1 la composición i, previamente descrita en el ejemplo 8, y
se agregaron 14 g. de la composición j, previamente descri-
ta en el ejemplo 9, a la segunda. Las nuevas composiciones
O y P se formaron respectivamente, y los poliésteres resul-
5 tantes se agitaron a 250°-255°C durante 5 minutos. Después
se hilaron fibras del autoclave.

Los ejemplos siguientes establecen resultados de
ensayo obtenidos de las pruebas realizadas sobre las compo-
siciones de la Tabla I y preparadas en los Ejemplos 1 a 15.
10 Los detalles de los procedimientos de ensayo se han descri-
to en lo que antecede.

Ejemplo 16.- Estabilidad a la oxidación térmica

La estabilidad a la oxidación térmica de las fi-
bras preparadas de las diferentes composiciones se muestra
15 en la Tabla IX dada a continuación. Esta propiedad se midió
de la manera previamente descrita en la presente, calentando
muestras en un horno de aire forzado a 180°C.

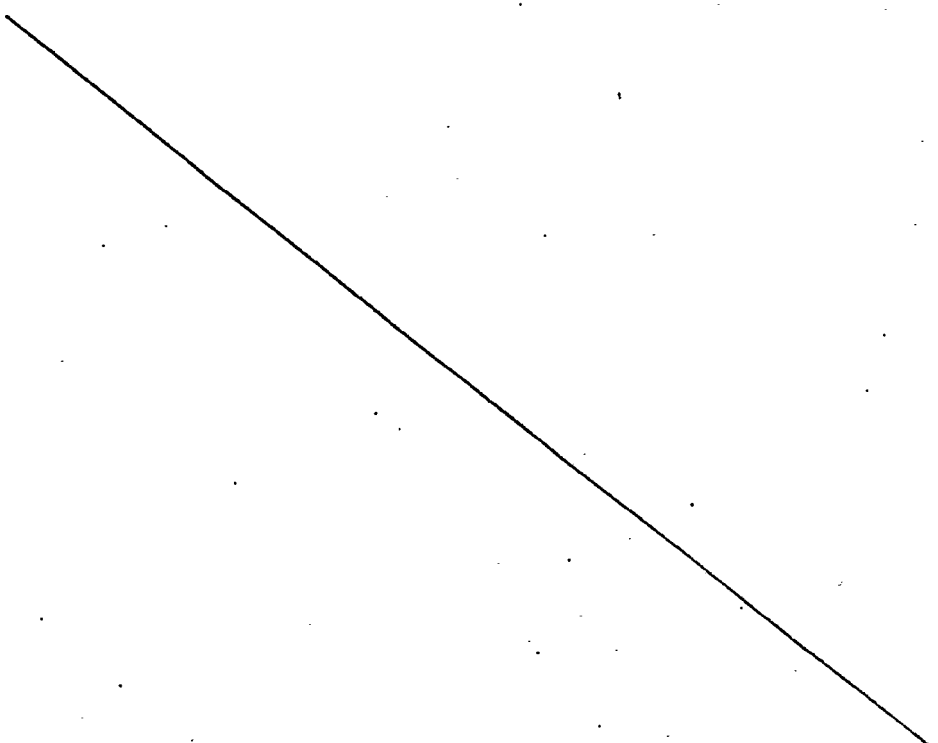


TABLA IX

Composición	Co-reaccionante	Por ciento en peso de co-reaccionante con base en el peso de polímero	Viscosidad específica antes de calentamiento da 5 minutos	η_{sp} calentada 15 minutos
A	ninguno	ninguno	0,300	0,300
B	derivado de hidantoina, x+y=5	5,61	0,350	0,351
C	derivado de hidantoina, x+y=5	8,42	0,376	0,373
F	derivado de hidantoina, x+y=10	3,36	0,353	0,361
G	"	5,59	0,329	0,317
H	"	5,59	0,319	0,324
R	"	4,97	0,345	0,346
M	derivado de hidantoina, x+y=15	8,37	0,358	0,307
L	"	8,37	0,384	0,300
Q	"	4,96	0,334	0,331
u	"	5,58	0,333	0,332
N	" , x+y=20	5,58	0,322	0,312
S	poli(etoxi)diol de un peso molecular = 400	5,61	0,336	0,275
T	" " = 600	3,36	0,325	0,241
U	"	5,60	0,331	0,306
V	"	5,60	0,339	0,313
W	"	8,39	0,338	0,255

TABLA IX (continuación)

Composición	Co-reaccionante	Por ciento en peso de co-reacción ante el peso de polímero	Viscosidad específica antes de calentamiento	Viscosidad específica sp calenta da 5 minutos	calenta da 15 minutos
X	poli(etoxi)diol de un peso molecular = 1000	5,58	0,331	0,317	0,216
e	CH ₃ (CH ₂) _{12,5} -O-(CH ₂ CH ₂) _{0,13,5} H	5,0	0,298	0,251	0,235
f	CH ₃ (CH ₂) _{12,5} -O-(CH ₂ CH ₂ O) _{13,5} H	3,0	0,317	0,243	0,226
	HOOC(CH ₂) ₇ COOH	2,1			

1 3 1

1 Los resultados mostrados en esta Tabla indican
que las composiciones modificadas con el derivado de hidan-
toína polialcoxilado son sobresalientemente más estables a
la oxidación térmica que las composiciones S, T, U, V, W,
5 X, e y f, todas las cuales son composiciones de la técnica
anterior conocidas. La disminución de las viscosidades es-
pecíficas de la fibra durante el calentamiento, indica que
ha ocurrido degradación oxidante y ha dado como resultado
un peso molecular decreciente.

10 Ejemplo 17.- Estabilidad a la oxidación térmica

Se valoró el efecto del componente x+y sobre esta
propiedad importante. Se examinaron composiciones que con-
tenían 5 a 6 por ciento en peso de modificador que tiene
grados variables de etoxilación, calentando fibras durante
15 5 minutos a una serie de temperaturas en un horno de aire
forzado. Las viscosidades específicas de las fibras se de-
terminaron antes y después del calentamiento. Los intervalos
de temperatura a los cuales ocurren pérdidas por precipita-
ción en la viscosidad específica, indican la temperatura de
20 umbral para la degradación por oxidación térmica de la fi-
bra. Los resultados de este ensayo se establecen a continua-
ción en la Tabla X.

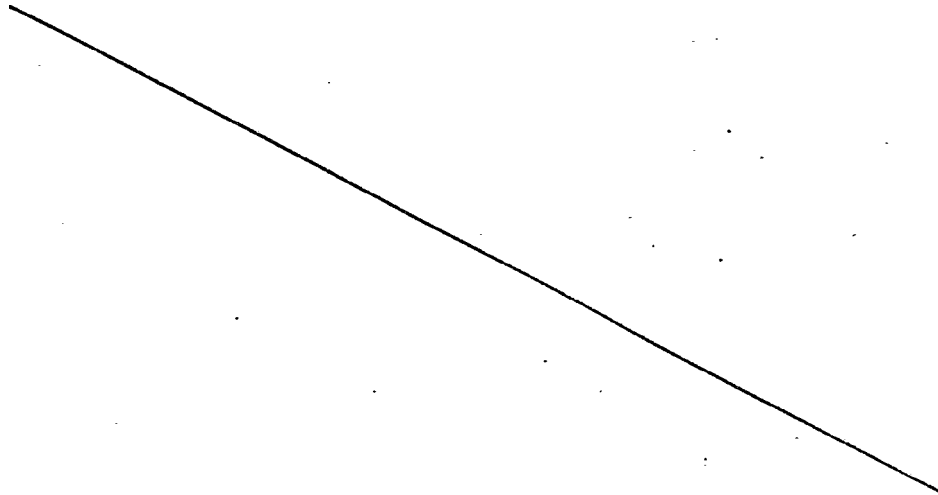


TABLA X

Intervalo de temperatura desde el principio de la degradación

Composición
 en peso de
 la reacción
 de base en
 el peso del
 líquido
 número

Viscosidad específica

antes del calentamiento

x+y

Composición

Composición	x+y	antes del calentamiento	180°C	190°C	200°C	210°C	220°C	Intervalo de temperatura desde el principio de la degradación
B	5,61	0,344	0,351	0,348	0,335	0,224	0,161	200-210°C
H	5,59	0,312	0,324	0,305	0,214	0,164	0,152	190-200°C
G	5,59	0,325	0,317	0,312	0,237	0,163	0,151	190-200°C
u	5,58	0,333	0,332	0,303	0,196	0,169	0,137	190-200°C
N	5,58	0,322	0,312	0,256	0,193	0,165	0,159	180-190°C

1 Puede verse de estos resultados, que el intervalo de temperatura para la iniciación de la degradación por oxidación térmica disminuye a medida que se incrementa la suma de x+y.

5 La cantidad del modificador, o el porcentaje en peso del derivado de hidantoína, presente en el polímero, se valoró también de la manera descrita anteriormente para determinar su efecto sobre esta propiedad importante. Los resultados de esta valoración se establecen a continuación en la Tabla XI.

10

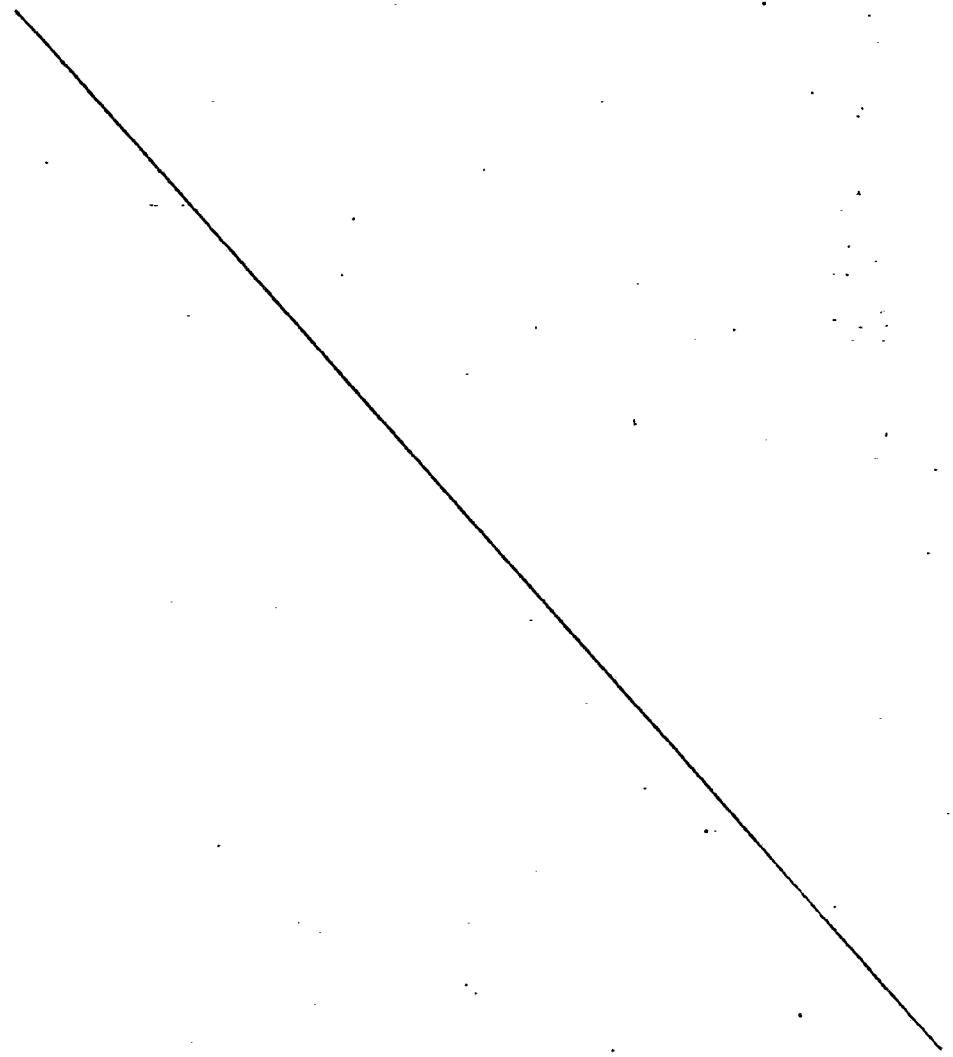


TABLA XI

Compo- sición	Por ciento en peso del reactivo de hidantoína con base en el peso del polí- mero	Por ciento en peso de unidad repetitiva de tereftalato de hidantoína	Antes del calentamiento	Viscosidad específica							Intervalo de tempe- ratura a la inicie- ción de la degra- dación	
				130°C	140°C	150°C	160°C	170°C	180°C	190°C		200°C
G	5,59	6,70	0,325	-	-	-	-	-	0,317	0,312	0,237	190-200°C
180332	8,39	10,05	0,323	-	-	0,323	0,321	0,318	0,287	0,172		180-190°C
180333	11,16	13,39	0,339	-	-	0,336	0,324	0,256	0,142	0,118		170-180°C
J	16,76	20,08	0,395	0,396	0,393	0,383	0,311	0,219	-	-	-	150-160°C

1 De estos resultados, es evidente que se logra una
mejora óptima en la estabilidad a la oxidación térmica cuan-
do el polímero contiene menos de aproximadamente 10% en pe-
so de la unidad repetitiva de hidantoina con base en el pe-
5 so del polímero.

La composición 180332 y la composición 180333 no
aparecen en las Tablas I y II.

Ejemplo 18.- Estabilidad térmica

10 Otra medida de esta importante propiedad es aque-
lla temperatura a la cual se inicia la pérdida inicial de
peso de la fibra. Esta propiedad se midió por análisis ter-
mogravimétrico de una manera previamente descrita en la pre-
sente. La Tabla XII establecida a continuación muestra la
estabilidad térmica de varias composiciones aquí descritas.

15 TABLA XII

Composición	Temperatura a la iniciación de la pérdi- da de peso. °C	
	<u>En aire</u>	<u>En nitrógeno</u>
C	255	335
G	224	375
20 H	230	365
R	210	360
N	200	305
S	195	295
U	185	280
25 V	150	240
X	190	290
e	195	350
f	185	355

30

Los resultados mostrados en esta Tabla muestran

1 que las composiciones de esta invención tienen temperaturas
de oxidación de umbral considerablemente superiores a las de
las composiciones modificadas de la técnica anterior. Tam-
bién, aquellas composiciones que contienen 5,5-dimetil-hi-
5 dantoína 1,3-poli(etoxilada) exhiben mayores temperaturas
de umbral de la descomposición térmica en la atmósfera iner-
te de nitrógeno que aquellas composiciones que contienen po-
li(etoxi)dioles. Esta mejora en la estabilidad térmica es
ventajosa en el procedimiento de fusión de las composicio-
10 nes de esta invención.

Ejemplo 19.- Evaluación de la intensidad de teñido

La tubería tejida de punto de las fibras descri-
tas en los ejemplos previos, se fregó usando una relación
de líquido a tela de 40:1 en un baño de fregado acuoso, que
15 contiene 2 g/litro de Varsol, 1 g/l de nonilfenoxipoli(eti-
len-oxi)etanol y 0,5 g/l de hidróxido de sodio. La tubería
se fregó durante 20 minutos a 93°C y se enjuagó en agua ca-
liente corriente. La tubería se enjuagó después en un baño
acuoso que contenía 0,5 g/l de ácido acético con una rela-
20 ción de líquido a tela de 40:1 durante 10 minutos a 43°C.
La tela se enjuagó en agua corriente, caliente, y se secó
a 60°C. Las telas se tifieron en tubos de vidrio tapados,
volteados en un baño de aceite mantenido a 100°C, durante
80 minutos. El baño acuoso de teñido contenía 4,0% bpt (ba-
25 se en el peso de la tela) de un colorante comercial patrón,
azul brillante, 8,0% y bpt de N-metil-N-oleil-tartrado de
sodio y los teñidos se condujeron a una relación de líquido
a tela de 40:1. Las telas teñidas se fregaron durante 15 mi-
nutos a 60°C a una relación de líquido a tela de 40:1 en una
30 solución acuosa que contiene 0,5% bpt de Igepal CP-710 y

- 1 0,5% bpt de fosfato trisódico. Las telas teñidas se enjuagaron después en agua caliente, corriente, y se secaron a 50°C. La intensidad de teñido de las tuberías se midió por los valores de reflectancia (K/S) a 680 nm, de las ecuaciones de Kubelka-Munk. Este procedimiento se describió previamente en la presente.

Las intensidades de teñido de las composiciones establecidas en la Tabla I se muestran en la Tabla XIII que se indican a continuación:

10

TABLA XIII

<u>Composición</u>	<u>Intensidad de teñido, K/S</u>
A	2,7
B	10,2
C	14,6
15 D	21,1
E	4,6
F	6,3
G	11,2
I	17,4
20 K	6,7
M	16,3
N	11,9
Q	11,3
S	12,5
25 T	7,0
U	14,5
V	12,9
W	19,2
X	11,5
Y	5,1
30 Z	7,2

1

TABLA XIII (continuación)

<u>Composición</u>	<u>Intensidad de teñido, K/S</u>
a	10,5
b	5,8
5 c	11,9
d	21,3
e	10,1

10

De esta tabla, puede verse que las composiciones de esta invención tienen susceptibilidad de teñido mejorada sobre las fibras de poli(tereftalato de etileno), composición A.

15

Esta propiedad clave, intensidad de teñido, se ilustra en la figura 1. La figura 1 muestra la relación entre la intensidad de teñido y la cantidad de unidad modificadora estructural. En esta figura, la intensidad de teñido (K/S) está en las ordenadas y el porcentaje en peso de la unidad modificadora estructural está en las abscisas. En esta figura se muestran cuatro curvas.

20

La curva 1 representa las composiciones T, U, V y W; la curva 2 representa las composiciones E, F, G e I; la curva 3 representa las composiciones b, c y d y la curva 4 representa las composiciones Y, Z y a.

25

La curva 1 es representativa de aquellas composiciones que consisten en copolímero de tereftalato de etileno preparados de poli(etoxi)dioles. Estas composiciones exhiben la mejor absorción de colorante con el menor porcentaje de modificador. Aunque estas composiciones exhiben la mejor susceptibilidad al teñido, son deficientes para las composiciones de esta invención en otras áreas, por ejemplo, la estabilidad a la oxidación térmica, la estabi-

30

1 lidad a la luz y a la solidez del color frente a la luz
según se analizará más adelante cuando se haga referencia
a la figura 2. La curva 2 es representativa de composicio-
nes de esta invención que tienen la estructura mostrada
5 por la fórmula V. Esta curva ilustra el efecto benéfico
del modificador de hidantoína polialcoxilada cuando el com-
ponente x+y cae dentro del intervalo prescrito. La curva
3 representa composiciones modificadas con un derivado de
hidantoína pero, sin embargo, el componente x+y no está
10 dentro de la escala prescrita de esta invención. La curva
4 es representativa de polímeros que tienen composiciones
similares a la descrita en la patente de EE.UU. 3.856.754,
que contiene también un derivado de hidantoína. Estas com-
posiciones son mostradas como las que exhiben la suscepti-
15 bilidad de teñido más pobre.

Ejemplo 20.- Evaluación de la solidez del teñido a la luz

Se tiñeron tuberías de tejido de punto fregadas,
de las fibras de las composiciones l, m, n, o y p, en un
baño acuoso, de la manera siguiente, después se fijaron
20 con calor a dimensiones constantes a tres temperaturas,
durante 1 minuto. Todas las concentraciones se basan en el
peso de la tela. Se usaron las siguientes tres fórmulas de
teñido.

Fórmula (1): Crema

25 0,022% de azul poliéster Eastman G1F, azul dis-
perso 27
0,040% de rosa poliéster Eastman R-1SW, rojo dis-
perso 86
0,106% de amarillo Latyl¹ YLW, amarillo disperso

30 42

1 Fórmula (2): Verde Pastel

0,012% de azul brillante Latyl¹ BG, azul disperso 60

0,19% de amarillo brillante Resolin² 7GL, amarillo disperso 93

5

Fórmula (3): Violeta

0,40% de azul Resolin² FBLD, azul disperso 56

0,60% de rojo poliéster Eastman FFEL, rojo disperso 60

10

Método de Teñido

1.- Las telas se prefregaron con un líquido acuoso a 82°C durante 30 minutos, con 2,00 g/l de disolventes minerales, 1,00 g/l de condensado de nonilfenol-óxido de etileno (agente tensioactivo no iónico), 0,5 g/l de hidróxido de sodio y una relación de líquido a tela de 40:1. Las telas fregadas se enjuagaron después.

15

2.- El baño de teñido se ajustó a temperatura ambiente con:

1% de fosfato de sodio monobásico, 0,5% de ácido acético, 2,00% de una mezcla dispersante, no iónica de compuestos oxietilados, 2,00% de éter alquilpoliglicólico como agente nivelador y una relación de líquido a tela de 40:1. La temperatura se elevó a ebullición a 1°C/minuto. El baño se mantuvo durante 60 minutos a ebullición y después se enfrió a 82°C por radiación. La tela se enjuagó después en caliente (agua caliente, corriente) y se secó a 60-71°C.

20

25

1.- Marca de E.I. duPont de Nemours & Co.

2.- Marca de Verona Dyestuff- Division of Lobay Chemical Corporation

30

Las telas se fregaron después del teñido y se va-

- 1 loraron en cuanto a la solidez del teñido a la luz de una manera previamente descrita. La solidez del teñido a la luz se midió frente a la escala de grises después de una exposición de 40 horas, estos resultados se establecen a continuación en la Tabla XIV.
- 5

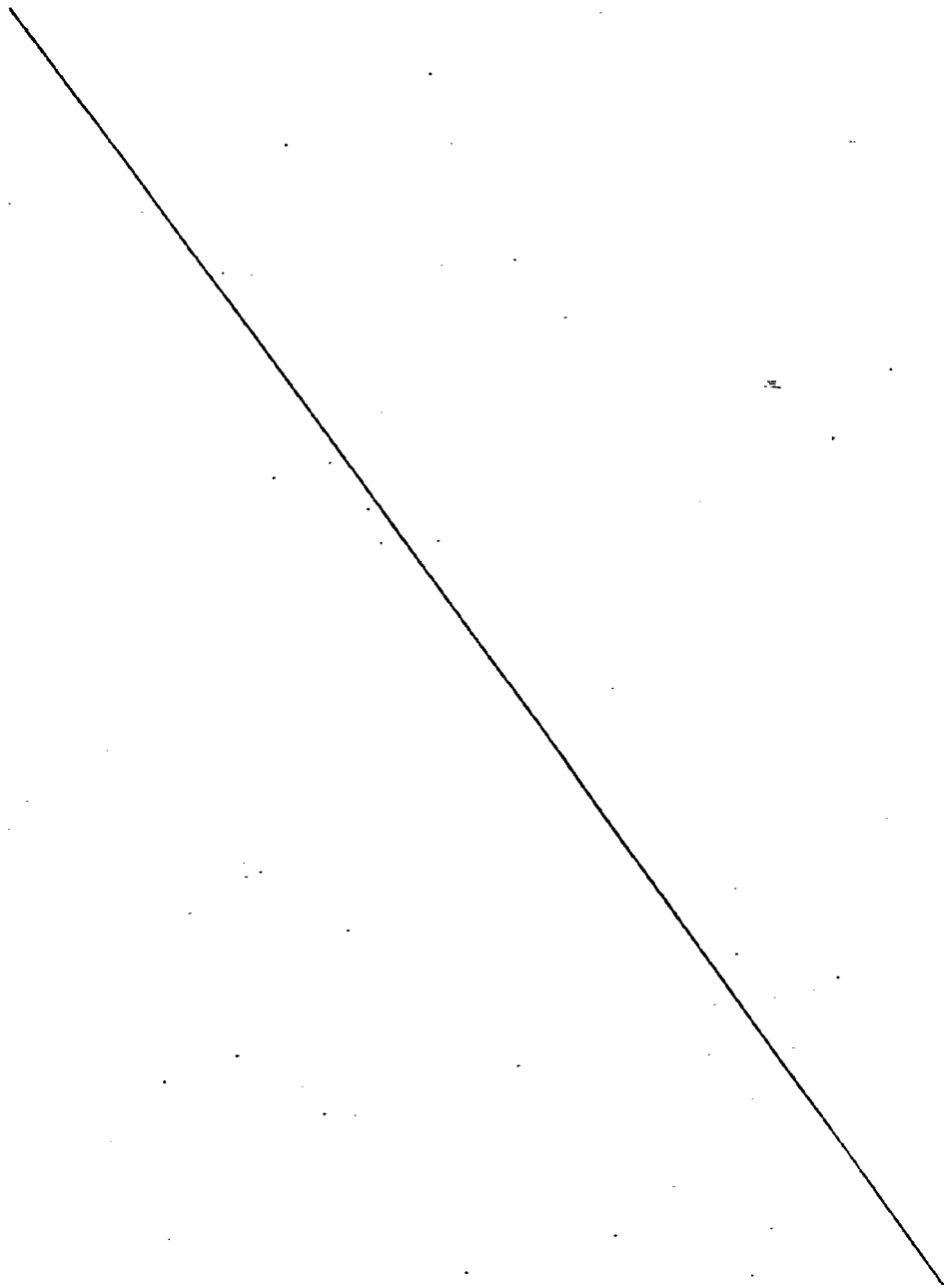


TABLA XIV

Compo- sición	Matiz del teñido	Valoración de la escala de grises								
		Crema		Violeta		Verde Pastel				
	Temperatura de fijación técnica, (°C)	350	375	400	350	375	400	350	375	400
l		4	4	3-4	3-4	3-4	3-4	3-4	3-4	3-4
m		4	3-4	4	3	3-4	3-4	4	4	4
n		4	3-4	3-4	4	3-4	3-4	3	3	2-3
o		3-4	3	2-3	2-3	3	2-3	2-3	3	2-3
p		2	2	1-2	2-3	2	2	1	1	1

1 Estos resultados muestran que las composiciones
l, m y n que contienen los derivados de hidantoína de esta
invención, tienen solidez del tejido a la luz, mejorada con
respecto a las composiciones o y p de la técnica anterior.

5 Ejemplo 21.- Hilatura y texturización de Fibras

Los nódulos secados de las composiciones l, m, y
n del ejemplo 11 y la composición o del ejemplo 12 se ali-
mentan a un extrusor de 3,82 cm, con temperaturas de extru-
sor ajustadas para alimentar un baño fundido del polímero
10 a 270°C a un conjunto conectado de bomba de hilatura por
fusión, filtro, e hilera. El polímero fundido se extruye a
295°C a través de una hilera que tiene 35 agujeros, cada
uno de 229 micras de diámetro. La producción del polímero
se realiza a un régimen constante de 89,8 g/minuto. La lí-
15 nea de hebra fundida se enfría en una corriente de aire a
temperatura ambiente y se devana a velocidades que varían
de 2743 a 4023 metros por minuto. El régimen de producción
de polímero constante da hilos que varían en su denier de
295 denier a 2743 m/minuto, a 201 denier a 4023 m/minuto.

20 Los hilos hilados se estiran y texturizan con
torcimiento falso simultáneamente, sobre un estirador-tex-
turizador de laboratorio, de una sola posición. El calenta-
dor primario de una longitud de 1,16 m y el calentador se-
cundario de una longitud de 0,41 m, están a 200°C. El tor-
25 cimiento falso se inserta a 23,6 vueltas por cm (de la lon-
gitud final del hilo) en un punto entre los calentadores, y
la velocidad de avance del hilo en el devanado es de 183
m/minuto. Las relaciones de estiramiento se ajustan para
producir hilos texturizados, estirados, de un alargamiento
30 a la ruptura de aproximadamente 30%.

1 Las fibras que tienen la composición p, se hilaron sobre un extrusor de tornillo de 3,82 cm a 346 m/minuto. El hilo hilado se estiró 4,0 veces para producir hilo de 160 denier (35 filamentos) con un alargamiento residual de aproximadamente 30%. Este hilo se texturizó después como antes, excepto que no hubo estiramiento adicional del hilo durante la texturización.

5 Los resultados de texturización se establecen a continuación en la Tabla XV.

10

TABLA XV

Composición	Relación de estiramiento durante la texturización del hilo hilado a 3100 m/min	Tenacidad, gramos/denier	Alargamiento, %	Intensidad de teñido (K/S)
15 l	1,70	3,91	30,9	9,5
m	1,75	4,02	31,4	9,1
n	1,75	3,91	28,3	8,2
o	2,00	3,18	31,0	12,4
p	no hilable a esta velocidad	--		
20 poliéster no modificado	1,70	3,60	30,0	3,7

25 Los resultados mostrados en la Tabla XV demuestran que las composiciones de esta invención, es decir, l, m, n, pueden hilarse a velocidades elevadas para producir hilos parcialmente orientados que pueden texturizarse para dar un hilo final con propiedades casi equivalentes a las de la composición de tereftalato de polietileno no modificada. La intensidad de teñido se valoró de la manera previamente des-

30

1 crita en el ejemplo 19. La susceptibilidad al teñido mejora-
da de aquellas composiciones que contienen el derivado de
hidantoína polialcoxilada, sobre el polímero no modificado
de poli(tereftalato de etileno), es claramente evidente.
5 Estas composiciones son también ventajosas porque la hila-
tura puede lograrse a velocidades elevadas. Esto no puede
lograrse con la composición p. Aunque la composición o de
la técnica anterior es hilable a 3100 m/minuto, las propie-
dades del hilo texturizado son inferiores a las de las com-
10 posiciones que contienen hidantoína como se muestra en la
Tabla XV.

Ejemplo 22.- Hilatura y texturización de Fibras

Las composiciones q, r, s y t del ejemplo 14 se
polimerizaron de la manera descrita en el ejemplo 21.

15 El polímero fundido de las etapas finales de la
polimerización se hiló a 388 m/minuto a través de una hi-
lera de 35 agujeros, para producir una madeja de fibras
de 700 denier. Las madejas de fibras se estiraron sobre un
perno a 80°C para producir un hilo que tuvo aproximadamente
20 30% de alargamiento residual. Los hilos estirados se textu-
rizaron después como se describe en el ejemplo 21 anterior
para la composición p en que los hilos no se estiraron ul-
teriormente durante la operación de texturización.

25 Los resultados de texturización se establecen en
la Tabla XVI.

1

TABLA XVI

Compo- sición	Relación de esti- ramiento	Denier	Tenacidad, gramos/ denier	Alarga- miento, %	Módulo a alargamiento de 2%, gra- mos/denier
5 q	4,53	173	4,08	35,7	62
r	4,56	170	3,91	37,6	52
s	4,02	188	3,11	23,9	66
t	4,50	168	4,20	28,4	72

10

De los resultados mostrados en la Tabla XVI, puede verse que la composición q, que contiene el derivado de hidantoína polialcoxilado de esta invención, tiene propiedades prácticamente equivalentes a las de la composición t de poli(tereftalato de etileno) no modificado, y propiedades considerablemente mejoradas sobre la composición s que contiene un agente ramificador de cadena.

15

La solidez del tejido a la luz, de las fibras de estas composiciones, se determinó después de 60 horas de exposición de una manera descrita en el ejemplo 20. Los

20.

resultados de tal ensayo se establecen a continuación en la Tabla XVII.

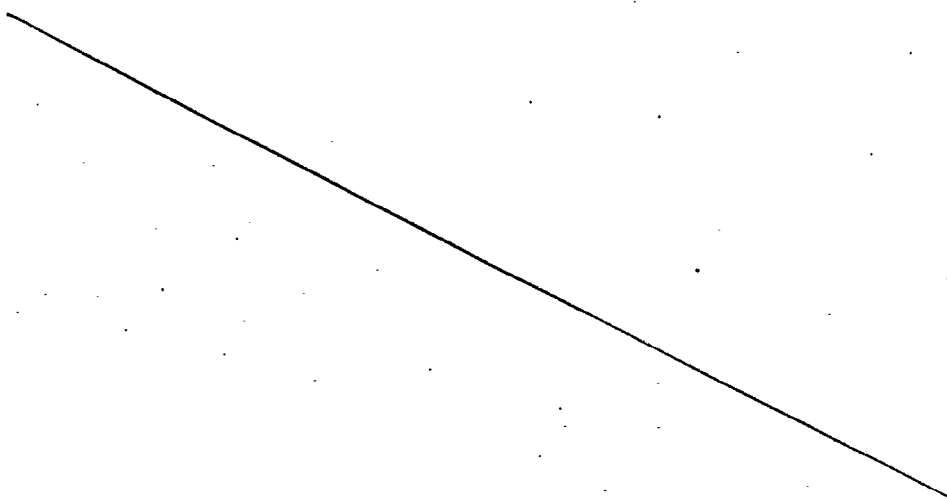


TABLA XVII

Valoración de la escala de grises

	Crema		Violeta		Verde Pastel	
Matiz del colorante	350	400	350	400	350	400
Composición de fijación	350	375	375	400	375	400
Temperatura de fijación	3-4	3-4	3-4	3-4	3	2-3
al calor, (°C)	3	3	3	2-3	2-3	2
	2-3	2	2-3	2	1-2	1
q						
r						
s						

1 Puede verse, de los resultados mostrados en la Tabla XVII, que la composición q tiene solidez del teñido, a la luz, superior a las composiciones de la técnica anterior.

5 La estabilidad a la oxidación térmica de las fibras descritas en este ejemplo, se determinó de la manera descrita en los ejemplos 16, 17 y 18. Las viscosidades específicas de las fibras se midieron antes y después de calentarse en un horno de aire forzado durante 5 minutos a
10 varias temperaturas. El procedimiento de ensayo se describió previamente en la presente. Estos resultados se establecen a continuación en la Tabla XVIII.

TABLA XVIII

15

Compo- sición	Antes del calenta- miento	Viscosidad Específica					
		140°C	160°C	180°C	200°C	220°C	230°C
q	0,380	0,376	0,387	0,385	0,377	0,178	0,155
r	0,370	0,367	0,370	0,359	0,313	0,170	insoluble
s	0,339	0,335	0,335	0,301	0,277	0,213	insoluble
t	0,342	0,353	0,345	0,345	0,341	0,356	0,340

20

Puede verse, de los resultados mostrados en la Tabla XVIII, que la composición q, que contiene el derivado de hidantoína polialcoxilado de esta invención, no experimenta degradación térmica hasta aproximadamente 200-220°C, mientras que las composiciones r y s son estables hasta aproximadamente 160-180°C. A 230°C, estas dos composiciones se han degradado en un grado tal que no son solubles en el disolvente usado para determinar la viscosidad.

25

Los resultados de este ejemplo se muestran gráficamente en la figura 2. Esta figura muestra la relación en-
30

1 tre la viscosidad específica y la exposición a temperaturas
elevadas, en donde la viscosidad específica está en ordena-
das y la temperatura (°C) de calentamiento durante 5 minu-
tos, está en abscisas. La curva 1 representa la composición
5 q, que contiene la hidantoína polialcoxilada de esta inven-
ción, la curva 2 representa la composición r, que contiene
poli(etoxi)dioles y la curva 3 representa la composición
s, que contiene agentes ramificadores de cadena. La figura
2 muestra claramente que las tres composiciones son esta-
10 bles hasta 160°C, después de lo cual, por exposición a tem-
peraturas mayores, las composiciones r y s se deterioran
rápidamente, mientras que la composición q permanece esta-
ble hasta 200°C antes de que ocurra degradación notable.

15 Ejemplo 23.- Evaluación de la intensidad de teñido para
las composiciones O, P.

 Cuando las fibras preparadas de la manera descri-
ta en el ejemplo 15 se tiñeron como se describe en el ejem-
plo 19, se obtuvieron los valores de intensidad de teñido
(K/S) para la composición O, de 10,8 y para la composición
20 P, de 12,7. Las intensidades de teñido de estas fibras son
mayores que en el poli(tereftalato de etileno) no modifica-
do, composiciones A y t, e ilustran que el efecto benéfico
del derivado de hidantoína polietoxilada puede obtenerse
en poli(tereftalato de etileno) por medios diferentes de la
25 copolimerización al azar. La esterificación no tiene que
llevarse hasta su completamiento con el fin de derivar los
beneficios de los compuestos de hidantoína. Como se muestra
en la Tabla II, el punto de fusión para la composición O es
de 256°C y para la composición P es de 255°C. Estos puntos
30 de fusión son indicadores de que las fibras no son copolime-

1 ros al azar formados por intercambio de éster entre el po-
li(tereftalato de etileno) y las composiciones i y j, sino
que son ya sea copolímeros de bloque que tienen segmentos
de tereftalato de etileno de las composiciones i o j, o las
5 fibras pueden ser mezclas de dos composiciones.

Ejemplo 24.- Preparación de la composición w.

Este ejemplo es ilustrativo de la preparación de
copoliésteres de bloque que contienen derivados de hidantoí-
na descritos en la patente de EE.UU. 3.937.753 y 3.937.755.
10 Se preparó un homopoliéster de la policondensación de 1,3-
-di(carboxietil)-5,5-dimetilhidantoína y 1,3-di(2-hidroxi-
etil)-5,5-dimetilhidantoína, y se identifica en las Tablas
I y II como composición v. Este poliéster tiene una visco-
sidad específica de 0,134 y se ablanda a 120-130°C.

15 Se polimerizó un prepolímero de poli(tereftalato
de etileno) como se describe en el ejemplo 15, y se agrega-
ron 15,0 g. de la composición v al prepolímero fundido. Pos-
teriormente se hiló del autoclave, una fibra de copoliéster
de bloques. Esta nueva composición se identifica como com-
20 posición w.

La fibra resultante se analizó y contenía 1,04%
en peso de nitrógeno o aproximadamente 8,4% en peso de la
unidad modificadora estructural (poliéster que contiene hi-
dantoína con base en el peso total de la fibra). Cuando es-
25 ta fibra se tiñó de la manera descrita en el ejemplo 19, se
obtuvo un valor de intensidad de teñido (K/S) de 7,4. Una
comparación de este porcentaje en peso de 8,4 y la intensi-
dad de teñido resultante de 7,4, y el porcentaje en peso del
modificador de esta invención necesario para obtener la mis-
30 ma intensidad de teñido, demuestra fácilmente que la composi-

1 ción w no es tan eficaz para incrementar la susceptibilidad
al teñido como los poliésteres que contienen los derivados
de hidantoína polialcoxilada de esta invención. Este ejem-
plo ilustra claramente que los derivados de hidantoína, pa-
5 ra ser eficaces como modificadores para mejorar la suscep-
tibilidad al teñido, deben contener grupos polialcoxilados
enlazados a los nitrógenos de anillo.

Ejemplo 25.- Determinación de la reganancia de humedad

10 Se determinó el porcentaje de reganancia de hume-
dad de la manera aquí descrita. Se midió a diferentes hume-
dades relativas y se establece a continuación en la Tabla
XIX.

TABLA XIX

15	Compo- sición	Humedad relativa	Por ciento de reganancia de humedad			
			20%	56%	65%	92%
	A		0,15	0,25	0,44	0,49
	I		0,14	0,37	0,57	0,85
	D		0,06	0,31	0,46	0,73
	G		0,18	0,31	0,53	0,67
20	B		0,20	0,28	0,49	0,61
	G		0,21	0,31	0,46	0,65

25 Los resultados mostrados en esta Tabla indican
que las composiciones que contienen el derivado de hidan-
toína exhiben todos una reganancia de humedad superior en
comparación con la composición A no modificada.

30 Habiendo descrito con detalle concienzoso los
nuevos poliésteres modificados con derivados de hidantoína
polialcoxilada y describiendo además los procedimientos pa-
ra preparar estos materiales, debe comprenderse que puede

1 recurrirse a modificaciones y variaciones sin apartarse
del espíritu y alcance de la invención, como aquellos ex-
2 pertos en la técnica comprenderán fácilmente. Tales modi-
ficaciones y variaciones se consideran dentro del espíritu
5 y alcance de la invención según se define en las reivin-
dicaciones anexas.

REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-
te de Invención en España, por VEINTE años, son los que se
recogen en las reivindicaciones siguientes:

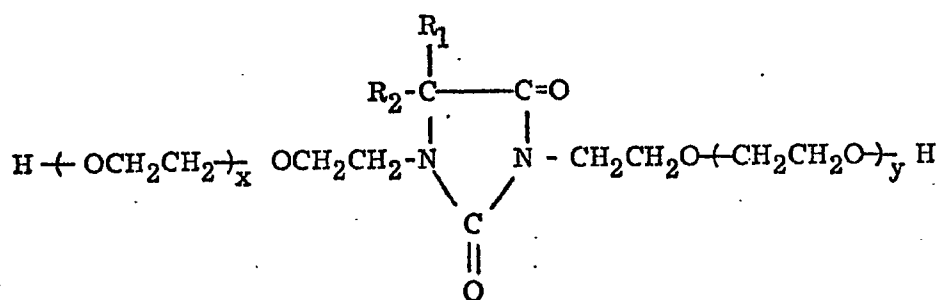
15

1ª.- Un procedimiento para la fabricación de un
poliéster lineal formador de fibras, receptor de coloran-
tes y térmicamente estable, modificado con un compuesto
de hidantoína polialcoxilada, caracterizado por formar una
mezcla de un primer polímero y un segundo polímero mezclan-
do conjuntamente por lo menos un compuesto seleccionado
20 de ácido tereftálico, ácido isoftálico y tereftalato de
dimetilo, y un glicol de la serie $\text{HO}(\text{CH}_2)_n\text{OH}$, en donde n
es un número entero de 2 a 10, para formar un primer polí-
mero, y mezclar conjuntamente por lo menos un compuesto
25 seleccionado de ácido tereftálico, ácido isoftálico, teref-
talato de dimetilo, y un compuesto alifático ramificado o
lineal que contiene de 4 a 10 átomos de carbono, y un com-
puesto de hidantoína que tiene la fórmula:

1 en donde $x+y$ es hasta aproximadamente 30, R_1 y R_2 son radi-
 cales seleccionados del grupo que consiste de hidrógeno,
 arilos que contienen de 6 a 10 átomos de carbono, alquilos
 que contienen de 1 a 20 átomos de carbono y cicloalquilos
 5 que contienen de 5 a 10 átomos de carbono; hacer reaccionar
 dicha mezcla por calentamiento a por lo menos 150°C en pre-
 sencia de un catalizador adecuado; y continuar dicha reac-
 ción de la mezcla hasta que se obtiene un poliéster modifi-
 cado, formador de fibras.

10 3ª.- Un procedimiento para la fabricación de un
 poliéster formador de fibras, lineal, receptor de coloran-
 tes y térmicamente estable, modificado con un compuesto de
 hidantoína polialcoxilada, caracterizado por mezclar en con-
 junto por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que
 15 consiste de ácido tereftálico, ácido isoftálico y terefta-
 lato de dimetilo, y un glicol de la serie $\text{HO}(\text{CH}_2)_n\text{OH}$, en
 donde n es un número entero de 2 a 10, para formar un po-
 límero; agregar a dicho polímero un compuesto que contiene
 un derivado de hidantoína que tiene la fórmula:

20



25

en donde $x+y$ es hasta de aproximadamente 30, R_1 y R_2 son
 radicales seleccionados del grupo que consiste de hidróge-
 no, arilos que contienen de 6 a 10 átomos de carbono, al-
 quilos que contienen de 1 a 20 átomos de carbono y ciclo-
 30

1 alquilos que contienen de 5 a 10 átomos de carbono; hacer
reaccionar dicho polímero por calentamiento a por lo menos
150°C; en presencia de un catalizador adecuado, y continuar
dicha reacción del polímero hasta que se obtiene un poliés-
5 ter modificado, formador de fibras.

4ª.- Un procedimiento para la fabricación de un
poliéster lineal formador de fibras.

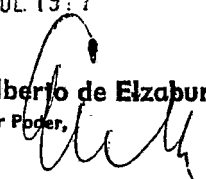
Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede, representado en los dibujos que se acompañan y con
10 los fines que se han especificado.

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

Madrid, 02 JUL 1977

P.A.

Alberjo de Elizaburu
Por Poder,



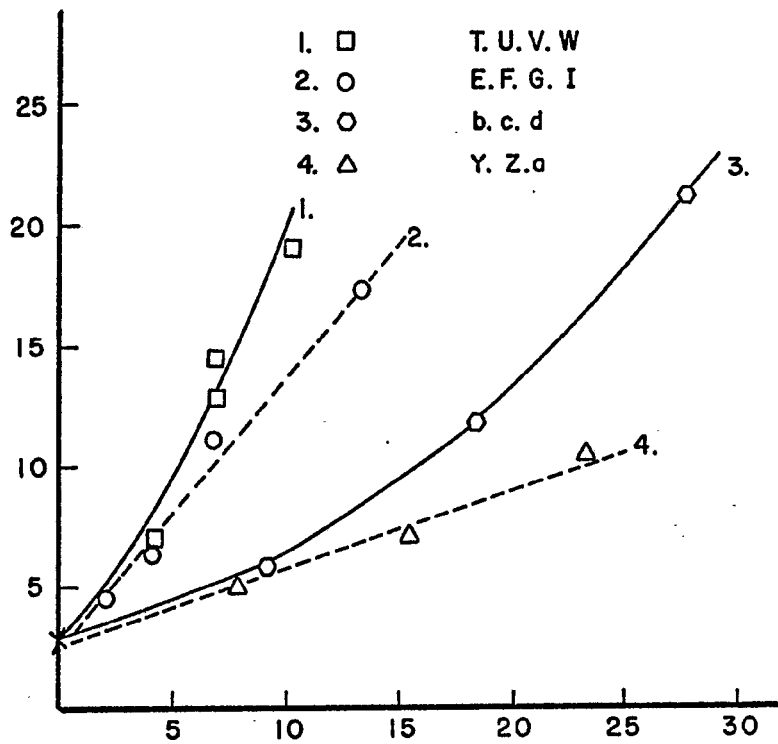


FIG. I.

Alberto de Elizaburo
Por Poder,

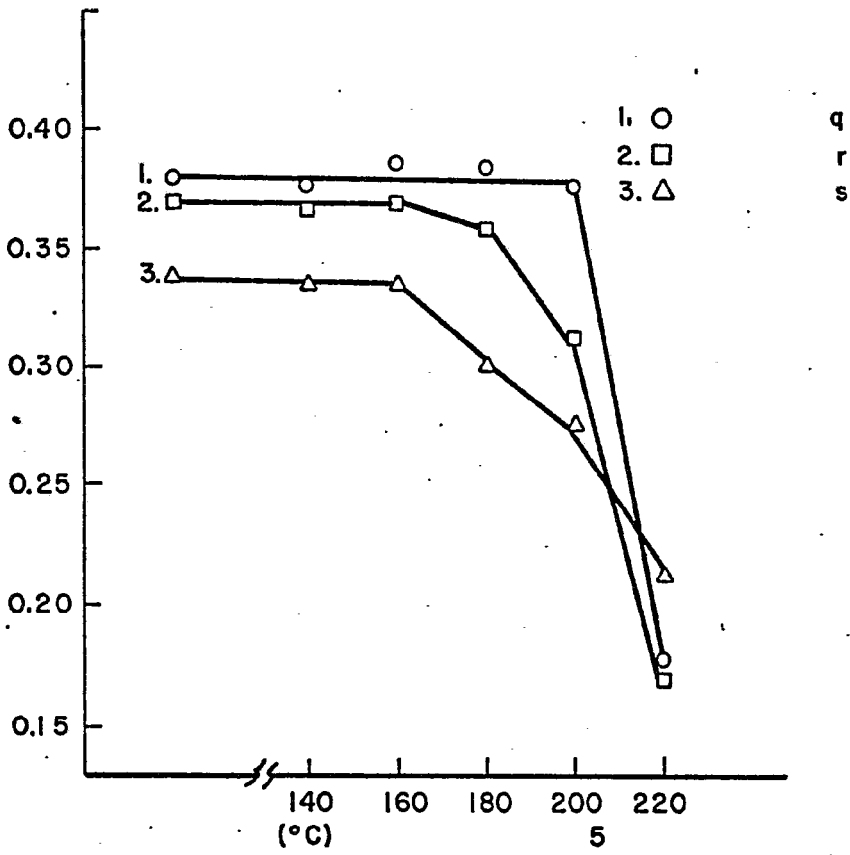


FIG. 2.

Alberto de Azavedo
For Patent