



Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

19 ES	11	NUMERO	466729	10 AI
	21			
	22	FECHA DE PRESENTACION	- 7 FEB. 1978	

20 OCT. 1978

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 27 05 210.4	8.2.77	Alemania.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D01 F	
64 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE HILOS Y FIBRAS POROSAS A PARTIR DE POLIMEROS SINTETICOS.		
71 SOLICITANTE (S)		
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.		
72 INVENTOR (ES)		
Ulrich Reinehr, Alfred Nogaj, Karl-Heinz David.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
GOMEZ ACEBO.		

Ya se ha propuesto darles a los hilos y fibras de polímeros sintéticos propiedades hidrófilas produciendo en los hilos, en forma dirigida, una estructura porosa.

5 Estos poros, sin embargo, bajo determinadas circunstancias, por ejemplo, en los procesos de vaporización y fijación en el marco denso, no resultan suficientemente estables.

10 Se ha descubierto ahora que los poros se pueden estabilizar introduciendo en la estructura de las fibras unos materiales sólidos de reducido tamaño de partícula prácticamente no eluibles.

15 La invención se refiere por lo tanto a hilos y fibras porosas de polímeros sintéticos que contienen un 0,01 hasta 5% en peso, referido al polímero, de un sólido no eluible de pequeño tamaño de partícula.

20 La invención se refiere además a un procedimiento para la obtención de hilos y fibras porosos de polímeros sintéticos que se caracterizan porque a los polímeros se les incorpora, antes de su hilado, un 0,01 hasta 5% en peso, referido al polímero, de un material sólido no eluible, de pequeño tamaño de partícula, y la mezcla se hila bajo desarrollo de hilos porosos.

25 Los sólidos que se han de emplear dentro del margen de la presente invención deberán presentar una granulometría media de 5nm hasta 500 nm, preferentemente 5 nm hasta 100 nm.

Como ejemplos sean mencionados el óxido de aluminio, sulfato de bario, dióxido de titanio, dióxido de silicio, hollín y pigmentos decolorantes.

30 Preferentemente se emplearan materiales só-

lidos con un índice de refracción esencialmente igual al del polímero empleado. Entre estos es de mencionar con especial preferencia un dióxido de silicio amorfo del tamaño de partícula de 40 hasta 70 nm.

5 Los sólidos, que debido a su difícil solubilidad no se pueden eluir de las fibras porosas, se emplean preferentemente en una cantidad de 0,1 hasta 0,5 % en peso, referido al polímero.

10 Para ello se mezclan, antes del hilado, con el polímero a hilar. Ha demostrado ser especialmente ventajoso amasar el material sólido, antes de incorporarle en el polímero, con un emulsionante para facilitar de esta manera una mejor incorporación en el polímero.

15 Para la obtención de las fibras o hilos porosos se puede emplear en principio cualquier procedimiento mediante el cual se obtenga en los hilos y fibras una estructura porosa permanente.

20 Entre estas se ha mencionado, por ejemplo, y preferentemente un proceso de hilado en seco en el que a la solución de hilado se le agrega un 5-50% en peso, referido al disolvente y al contenido en sólidos, de una sustancia que es esencialmente un no disolvente para el polímero a hilar, que tenga buena miscibilidad con el disolvente de hilado y que después del lavado se pueda retirar fácilmente eluyendo
25 con un líquido de lavado, preferentemente agua, dejando los huecos.

Tales sustancias son, por ejemplo, los alcoholes polivalentes, tales como dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol y glicerina.

30 Mediante la adición según la presente inven-

ción de los sólidos de tamaño de partícula pequeño se obtienen hilos y fibras porosos, preferentemente aquellos de polímeros de acrilonitrilo, con especial preferencia aquellos de polímeros de acrilonitrilo con como mínimo un 50% en peso de unidades de acrilonitrilo, que presentan una estabilidad de poros esencialmente mejorada.

La estabilidad de los poros se pueden enjuiciar por determinación de la capacidad de retención de agua después de procesos térmicos, (por ejemplo un secado durante 20 mm a 160°C y una vaporización durante 5 minutos con vapor saturado de 110°C). Las fibras porosas, que no presentan suficiente estabilidad de poros muestran después de un proceso de estos solo una capacidad de retención de agua muy reducida, en la mayoría de los casos inferior a un 10%, ya que los poros han sido sanados por la fijación una alta porosidad, y por lo tanto una alta capacidad de retención de agua en las fibras sintéticas es sin embargo deseable después de los procesos industriales de aplicación, para poder obtener de ellas artículos de uso especialmente absorbentes. Como de poros estables en el sentido de esta invención se consideran aquellas fibras que después de secar durante 20 minutos a 160°C y vaporizar durante 5 minutos a 110°C tienen una capacidad de retención de agua de como mínimo un 25%, referido al polímero.

En los ejemplos siguientes se refieren las indicaciones de partes y porcentos, si no se indica otra cosa, al peso.

EJEMPLO 1.-

12 kg de DMF se mezclan con 3,5 kg de tetraetilenglicol en una caldera, bajo agitación. A continuación se dosifican bajo agitación 20 g de dióxido de titanio con un

tamaño medio de las partículas primarias de 30 nm así como 4,5 kg de un copolímero de acrilonitrilo de un 93,6% de acrilonitrilo, 5,7% de acrilato de metilo y 0,7% de metalilsulfonato sódico. Después de agitar durante 20 minutos a temperatura ambiente se calienta durante 3 minutos a 130°, se filtra y la solución de hilado terminada se hila en seco según procedimientos de trabajo conocidos.

La temperatura de la cuba asciende a 160°C. La viscosidad de la solución de hilado que presenta una concentración en sólidos de un 22,5% y que tiene un contenido en tetraetilenglicol de un 17,5% en peso, referido al DMF y polvo de acrilonitrilo asciende a 9 segundos de caída de bola a 100°C. La proporción en dióxido de titanio agregado asciende a 0,44% en peso, referido al polímero. Para determinar la viscosidad por el método de la caída de bola, véase K. Jost, Rheologica Acta, tomo 1, Nr. 2-3 (1958), página 303. El material de hilado del título 1660 dtex se recoge en bobinas y se reúne a una cinta con el título total de 105.000 dtex. El cable de fibras se estira a continuación en agua hirviendo 1:4,0 veces, se lava en agua hirviendo bajo reducida tensión y se dota del preparado antiestático. Después se seca en el secador de tambor tamizador permitiendo un 20% de encogimiento a máximo 130°C y las fibras se cortan a una longitud de mechón de 60 mm.

Las fibras individuales del título final 2,0 dtex tienen una capacidad de retención de agua de 52%.

La determinación se efectuó según las prescripciones DIN-53814 (véase Melliland Textilberichte 4 (1973), página 350).

A continuación se seca una parte de las

fibras porosas durante 20 minutos a 160°C en el armario secador y se vaporizan durante 5 minutos con vapor saturado de 110°C. La capacidad de retención de agua de las fibras así tratadas ascendió al 36%.

5 En la tabla a continuación se han resumido
 10 ulteriores ejemplos. Se partió siempre de la mezcla de polímero ya descrita y se empleó siempre la misma técnica de hilado y tratamiento ulterior. Al hilar aditivos de dióxido de silicio ha demostrado ser ventajoso una dispersión previa en
 15 100-200 veces su cantidad de DMF, referido a la adición de sólidos, bajo adición de huellas de un emulsionante antes de la dosificación a la mezcla de polímero.

Nr.	Aditivo	% en peso referido al polímero	Capacidad de retención de agua (%)	
			Copps	Después de secar durante 20 mn a 160°C y vaporizar durante 5 min a 110°C
2	BaSO ₄ 1)	0,44	96	55
3	amorfo 2)	0,44	125	79
4	SiO ₂ amorfo 3)	0,44	93	74
5	Hollin 4)	0,44	80	33
6	"	0,88	85	34
7	"	1,76	87	37
8	colorante pigmento 5)	1,76	92	42
9	Sin	-	85	16

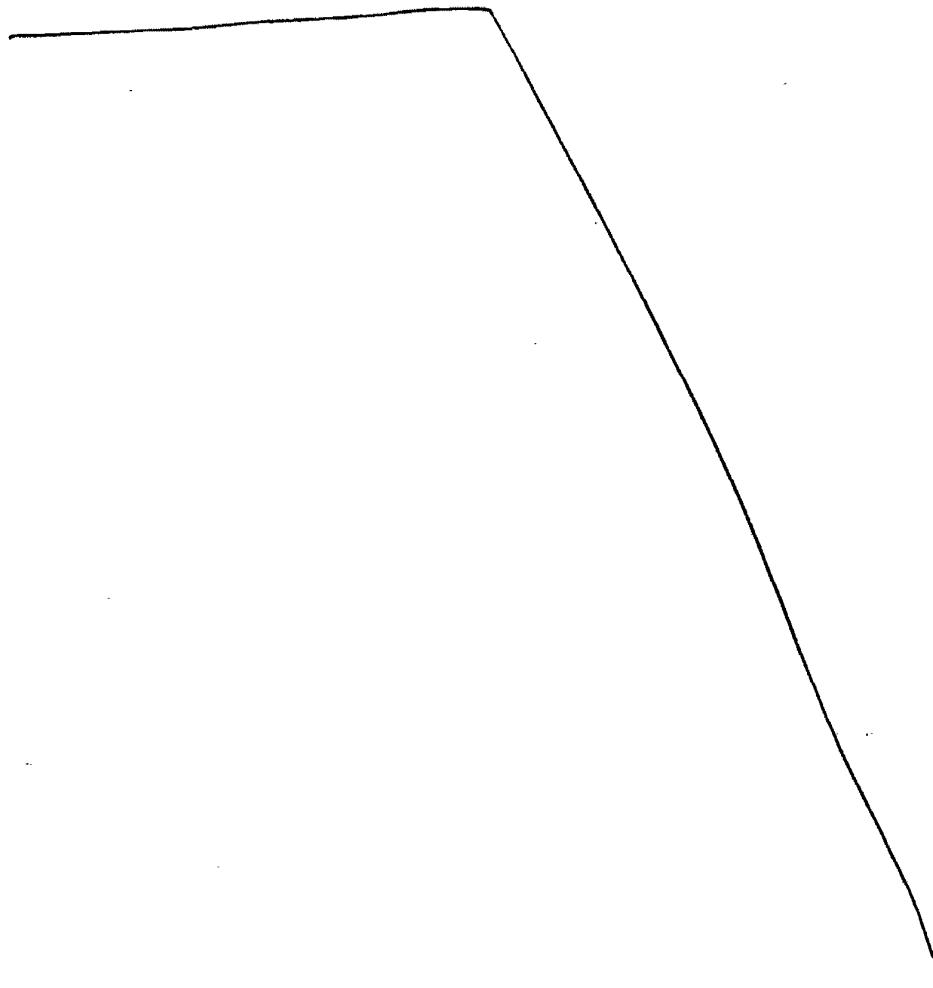
- 1) BaSO₄ precipitado, de la firma Riedel de Hßen AG
- 2) con superficie específica baja y partículas correspondientemente grandes. Superficie BET aprox. 50 m²/g
- 3) óxido mixto con un porcentaje de Al₂O₃. Superficie BET unos

170 m²/g

- 4) tamaño de partícula medio aprox. 50 nm
- 5) tamaño de partícula medio aprox. 220 nm; CI pigment Red 188.

Las fibras de la presente invención (Nr. 2-8) muestran después del tratamiento térmico unos valores de retención de agua superiores al 30%, las fibras sin aditivo (Nr. 9) solo de un 16%.

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



REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la obtención de hilos y fibras porosas a partir de polímeros sintéticos, conteniendo un 0,01 hasta 5% en peso, referido al polímero, de un material sólido no eluible de pequeño tamaño de partícula, preferente-
10 mente de 5 hasta 500 nm, caracterizado porque al polímero, antes de su hilado se le incorporan 0,01 hasta 5% en peso, referido al polímero, de un material sólido, no eluible, de pequeño tamaño de partícula, y la mezcla se hila bajo desarrollo de hilos porosos.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material sólido presenta esencialmente el mismo índice de refracción como el polímero utilizado.

15 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el sólido es un dióxido de silicio amorfo con el tamaño de partículas 40 hasta 70 nm.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el polímero sintético es un polímero de acrilonitrilo.

20 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el polímero de acrilonitrilo se compone como mínimo en un 50% de unidades de acrilonitrilo.

25 6.- Procedimiento para la obtención de hilos y fibras porosas a partir de polímeros sintéticos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, - 7 FEB. 1978

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.
J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO
p. p. Firmado: J. Suarez Díez

30