



P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

204320

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE POLIÉSTERES AROMÁTICOS COLOREADOS, PARTICULARMENTE TEREFALATOS DE POLIETILENO", a favor de la firma alemana VEREINIGTE-GLANZSTOFF-FABRIKEN, A.-G., domiciliada en Wuppertal-Elberfeld (Alemania Occidental).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de poliésteres aromáticos coloreados, particularmente tereftalatos de polietileno.

5 hasta el presente se ha intentado transmitir los procedimientos tintóreos conocidos, asimismo, a poliésteres aromáticos, como v.g. a tereftalatos de polietileno. Entre otras cosas, ha sido propuesto 10 adicionar a la fusión, poco antes del hilado, pigmentos de color inorgánicos, para llegar de este modo a poliésteres aromáticos coloreados. No obstante, solo se obtiene un limitado número de matices de coloración con arreglo a este método operativo.

El procedimiento, según el presente invento, permite obtener poliésteres coloreados en un surtido grande de matices de coloración y llegar a productos uniformemente teñidos, por ejemplo, a fibras artificiales coloreadas al hilar. Al efecto, se procede de modo que 15 se disuelve el tereftalato de polietileno en un disolvente de la in-

204320



que está apto para disolver, asimismo, simultáneamente el deseado colorante orgánico. Como disolventes comunes para el poliéster y para el colorante se han probado compuestos orgánicos que contienen dos núcleos cíclicos. Estos dos núcleos cíclicos pueden estar enlazados unos con otros o directamente o mediante grupos -O, -CO, ó  $-(CH_2)_n$  ( $n=1-4$ ) y/o estar asimismo total o parcialmente hidrogenados. Los núcleos pueden presentar, asimismo, sustituyentes, como  $-CH_3$ ,  $-CH_3O$ ,  $-C_2H_5$ ,  $-C_2H_5O$ ,  $-C_3H_7$ ,  $-C_3H_7O$ . Como ejemplos para ello se citan: difenilo, éter difenílico, difenilmetano, nartalina, alfa-metilnartalina, decanuronartalina, etc. Al utilizar estos compuestos orgánicos como disolventes el teretálato de polietileno es totalmente disuelto a temperaturas de  $100-240^\circ$ . Al mismo tiempo se disuelve también el colorante, de manera que de este modo es obtenida una solución homogénea del colorante en el poliéster. Después de enfriarse esta solución se verá precipitando el teretálato de polietileno coloreado, el cual es liberado por lavado con disolventes de bajo punto de ebullición como benceno, acetona, cloroformo, etc., de constituyentes aminorados, particularmente de porciones de bajo peso molecular o del disolvente primitivo. Los colorantes utilizados mismos no son separados, es decir, no les afecta tal lavado.

Los teretálatos de polietileno coloreados son secados bien, después de lo cual pueden ser seguidamente transformados en filamentos, películas, hojas, o similares. Los productos coloreados, fabricados a base de los mismos, no dejan conocer, mirados al microscopio, partícula alguna de colorante. Los colorantes tienen que determinarse de modo correspondiente al intentado procedimiento de hilatura. Si por ejemplo se desea trabajar según el procedimiento de hilatura de fusión, se podrá utilizar solamente colorantes térmicamente estables. Como colorantes apropiados entran en consideración, particularmente, colorantes de indantreno, o sea, por ejemplo, azul marino de indan-

204320



treno G (X<sub>1</sub>) (Indanttrenmarineblau G), rojo de indantreno FBB (X<sub>2</sub>) (Indanttrenrot FBB), pardo de indantreno IG (X<sub>3</sub>) (Indanttrenorange IG), verde aceituna de indantreno (X<sub>4</sub>) (Indanttrenolivgrün), anaranjado de indantreno RR (X<sub>5</sub>) (Indanttrenorange RR), amarillo de indantreno 4 GF (X<sub>6</sub>) (Indanttrenengelb 4 GF)

X<sub>1</sub>) correspondiente a Tomo E 2 de las Tablas de Colorantes por G. Soultz ("Farbstofftabellen"), 7<sup>a</sup> Ed., pág. 202

X<sub>2</sub>) id. id. E 1, pág. 100

X<sub>3</sub>) id. id. I, n<sup>o</sup> 1219

10 X<sub>4</sub>) id. id. I, n<sup>o</sup> 1224

X<sub>5</sub>) id. id. E 2, pág. 203

X<sub>6</sub>) id. id. E 2, pág. 201

EJEMPLOS.

15 1<sup>a</sup>.- Se introducen 25 g. de tereftalato de polietileno en 120 cm<sup>3</sup> de una solución calentada a 240<sup>o</sup>C. La solución consiste en, Alfa-medilnartalina, en la cual há sido disuelto azul marino de indantreno G (Indanttrenmarineblau G) (correspondiente a Tablas de Colorantes T<sup>a</sup> E 2, pág. 202). Se agita la mezcla calentada tanto tiempo hasta que se há formado una solución uniforme, homogénea. Después del

20 enfriamiento se vé segregando el poliéster en forma intensamente coloreada, pudiendo ser separado del disolvente por e colorante.

25 2<sup>a</sup>.- 25 g. de tereftalato de polietileno son disueltos al calor en 100 cm<sup>3</sup> de una mezcla que consiste en difenilo-éster difenílico. Se introduce una solución de colorante clara, a base de 200 mg. de amarillo de indantreno 4 GF (Indanttrenengelb 4 GF) (correspondiente a Tablas de Colorantes T<sup>a</sup> e 2, pág. 201) en 120 cm<sup>3</sup> de mezcla de difenilo-éster difenílico, calentado a 220<sup>o</sup>. Al cabo de 10 minutos se obtiene, bajo simultánea agitación, una solución homogénea. Seguidamente se enfría a menos de 100<sup>o</sup>, diluyendo para la finalidad de una

30 posibilidad de filtración fácil, con 100 cm<sup>3</sup> de benzol. El tereftalato



de polietileno precipitado, amorfo y coloreado, es separado por filtración, lavado en bencol y secado. Puede ser convertido, a 255° del modo conocido por sí mismo, en filamentos coloreados al hilar.

5 3°.- 250 mg. de paraco de indantreno IG (Indantrenbraun IG) (correspondiente a Tablas de Colorantes T° I, nº 1219) son disueltos en 150 cm<sup>3</sup> de difenilo a 220°, introduciendo en esta solución caliente 25 g. de terentalato de polietileno. Si se há realizado la disolución completa se enfría a 60°, aproximadamente, adicionando 150 cm<sup>3</sup> de bencol. El terentalato de polietileno precipitado, de uniforme  
10 coloración intensa, es terminado de elaborar del modo conocido. Mirado al microscopio no se distinguen partículas de colorante.

4°.- En 120 cm<sup>3</sup> de éter difenílico son disueltos 25 g. de terentalato de polietileno al calor, a lo cual se incorpora una solución que contiene 150 mg. de rojo de indantreno FBB (Indantrenrot FBB)  
15 (correspondiente a Tablas de Colorantes T° E 1, pág. 106) disueltos en 120 cm<sup>3</sup> de decanidronartalina. A una temperatura de 190° se presenta disolución completa. El acabado del terentalato de polietileno coloreado tiene lugar como se indica en el Ejemplo 1°.

5°.- 150 mg. de verde aceituna de indantreno (Indantrenolivgrün) (correspondiente a Tablas de Colorantes T° I, nº 1224) son disueltos en 150 cm<sup>3</sup> de óxido de difenilo al calor y mezclados con 25 g. de terentalato de polietileno. Si se há presentado la disolución completa, puede elaborarse ulteriormente del modo deseado.  
20

6°.- Se disuelven 200 mg. de azul celitón B (Cellitonblau B)  
25 (correspondiente a Tablas de Colorantes, T° E 1, pág. 15) en 150 cm<sup>3</sup> de metilnartalina, incorporando a la solución, calentada a 200-240°, 25 g. de terentalato de polietileno. La mezcla es agitada tanto tiempo hasta que se há presentado disolución total. Después del enfriamiento se segrega el poliéster en forma amorfa y puede obtenerse,  
30 después de filtración con bencol, como polvo coloreado.

204320



7<sup>o</sup>.- 250 mg. de rojo celitón R (Cellitonrot R) (correspondiente a Tablas de Colorantes T<sup>o</sup> E 1, pág. 70) son disueltos en 220 cm<sup>3</sup> de difenilmetano y mezclados, a una temperatura de 190 - 250<sup>o</sup>, con 25 g. de tereftalato de polietileno. De la solución se segrega el poliéster como producto coloreado, a modo de gel, que puede ser ulteriormente elaborado del modo respectivo.

8<sup>o</sup>.- 250 mg. de azul palatino sólido (Palatinecontolau) (correspondiente a Tablas de Colorantes T<sup>o</sup> E 1, pág. 110) son disueltos, del modo análogo al Ejemplo 6<sup>o</sup>, en 200 cm<sup>3</sup> de difenilmetano, mezclados con 25 g. de tereftalato de polietileno y agitados tanto tiempo hasta que há tenido lugar la completa disolución. Después del enfriamiento puede obtenerse el poliéster como polvo coloreado.

9<sup>o</sup>.- 25 g. de tereftalato de polietileno son disueltos, de modo análogo al Ejemplo 4<sup>o</sup>, en una solución de 250 mg. de rojo palatino sólido (Palatinecontrot) (correspondiente a Tablas de Colorantes T<sup>o</sup> E 1, pág. 110) en 150 cm<sup>3</sup> de éter difenílico y terminados de elaborar del modo deseado.

#### N O T A

Hecha la descripción del presente invento se hace constar, que esta solicitud se acoge a los beneficios de prioridad de la patente alemana n<sup>o</sup> V 3536 IVc/ 39 0, depositada en 5 de Julio de 1951, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

1<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de poliésteres aromáticos coloreados, particularmente tereftalatos de polietileno, caracterizado porque, se mezclan poliésteres aromáticos que se encuentran en disolución, con una colorante orgánico que es soluble tanto en el poli-



éster como en el disolvente, después de lo cual se separan los poli-  
ésteres de la solución.

2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por-  
que, se utiliza como disolvente común compuestos orgánicos con dos  
5 núcleos cíclicos, los cuales están enlazados, o directamente, o por  
grupos -O, -CO,  $-(CH_2)_n$  ( $n=1-4$ ) y/o pueden estar entera o, respecti-  
vamente, parcialmente hidrogenados.

3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-2, caracteriza-  
do porque, se emplean como disolventes comunes, asimismo, tales com-  
10 puestos orgánicos con dos núcleos cíclicos que, en los núcleos, con-  
tienen sustituyentes, como  $-CH_3$ ,  $-CH_3O$ ,  $-C_2H_5$ ,  $-C_2H_5O$ ,  $-C_3H_7$ , y  
 $-C_3H_7O$ .

4ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracteri-  
zado porque, se utilizan mezclas de los disolventes indicados.

5ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 4, caracteri-  
15 zado porque, se emplean colorantes que presentan en el disolvente  
escogido una menor aptitud de disolución en el poliéster.

6ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 5, caracteri-  
zado porque, se utilizan colorantes de la serie de los indantrenos.

7ª.- Procedimiento para la preparación de poliésteres aromáticos  
20 coloreados, particularmente tereftalatos de polietileno.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta  
de seis hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a tres de Julio de mil novecientos cincuenta y dos.

VERBUNDIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN, A.- G.

p. a.

