



267

267151

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR EN GENERAL LAS CARACTERÍSTICAS TINTOREAS", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETÀ GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en Largo Guido Donegani 1-2, MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para mejorar las características tintóreas de fibras obtenidas a base de mezclas de polímeros olefínicos, en particular el polipropileno, con compuestos básicos de nitrógeno, tales como: a) las polivinilpiridinas, obtenidas empleando catalizadores radicálicos o estereoespecíficos; b) los productos de condensación de epíclorhidrina, aminas alifáticas y diaminas; de epíclorhidrina, aminas alifáticas e iminas; de epíclorhidrina, aminas alifáticas y diiminas (piperazina); de cloruros de

5.

10.

267151



alkilo, diaminas y epiclorhidrina; c) los productos de condensación de derivados de halógeno con diaminas y similares.

5. Se han descrito ya procedimientos para obtener fibras textiles dotadas de particular receptividad para los tintes, en particular los tintes ácidos, que consisten en extruir mezclas de poliolefinas cristalinas, en particular polipropileno, con polímeros básicos de nitrógeno, tales como las polivinilpiridinas, los productos de condensación de derivados dihalogenados y diaminas, los
10. productos básicos de condensación de epiclorhidrina y similares.

15. Además, nosotros hemos descrito un procedimiento para mejorar la fijeza del tinte, el "tacto" y las otras características de las fibras a base de poliolefinas y compuestos básicos de nitrógeno, el cual consiste en tratar las fibras con compuestos mono- y di-epoxi.

20. Ahora hemos descubierto, sorprendentemente, que si se tratan con ácido sulfúrico fibras obtenidas a base de mezclas de poliolefinas cristalinas, y en particular el polipropileno, con polímeros básicos que contiene nitrógeno, es posible obtener un agotamiento más rápido de los baños tintóreos, matices más puros y mejor fijeza.

25. Este invento proporciona un método para tratar hilos obtenidos a base de mezclas de poliolefinas cristalinas y polímeros básicos que contienen nitrógeno, el cual comprende el tratar los hilos con una solución acuosa de ácido sulfúrico y lavarlos luego con agua o un álcali.

30. El tratamiento con ácido sulfúrico puede llevarse a cabo antes o después de estirar las fibras y



287151

antes o después de tratamiento con compuestos mono- o di-epoxi.

5. El tratamiento puede efectuarse en forma continua o por partidas, durante tiempos variables de 1 segundo a 60 minutos, a temperaturas desde 15° hasta 100°C.

Se emplean de preferencia soluciones acuosas de ácido sulfúrico con concentraciones variables desde 0,01% hasta 30% en peso.

10. Después del tratamiento con ácido sulfúrico, se lavan las fibras con agua y/o sustancias alcalinas (por ejemplo, hidróxidos o carbonatos alcalinos o alcalino-térreos).

15. Los ejemplos que siguen tienen por objeto ilustrar la invención.

E J E M P L O 1.

Se prepara un hilo a base de una mezcla constituida por 1300 g de un condensado de poliimida y 36 kg de polipropileno dotado de las características siguientes:

20.  $[\eta] = 1,43$  (medido en tetrahidronaftalina a 135°C); contenido de cenizas, 0,028%; residuo después de la extracción heptánica, 95,7%. (El condensado de poliimida se preparó disolviendo 1160 g de hexametilendiamina en 1800 cc de agua a temperatura ambiente, con  
25. agitación, en un recipiente de vidrio de 6 litros, calentando la solución a 90°C y añadiéndole 897 g de dicloroetano y una solución acuosa al 50% de hidróxido sódico (725 g).

30. Terminada la adición, se prosigue la reacción a 90°C durante 3 horas, luego se enfría hasta 20-25°, se separa una capa sólida superior, a la que se añaden 2000 cc



207151

de agua, se calienta la masa hasta 70-80°C y se decanta mientras se elimina el agua por destilación. Se obtiene un condensado sólido de poliimina).

5. La mezcla de polipropileno/condensado de poliimina se granula por extrusión en un dispositivo de tornillo a 160°C.

El granulado se hila en las condiciones siguientes:

tipo de la hilera	60/0,8 x 16 mm
temperatura del tornillo	240°C
temperatura del cabezal	230°C
temperatura de la hilera	220°C
presión máxima	27 kg/cm <sup>2</sup>
velocidad de arrollamiento	310 m/minuto

10. Los filamentos que salen de la hilera se mojan con una solución acuosa que contiene 10% de éter diglicídico de etilenglicol.

15. Luego se les estira bajo vapor con una relación de estiraje de 1:6,4 y se rizan. La fibra pasa por un recipiente donde se halla una solución acuosa al 5% de ácido sulfúrico, a 25°C.

20. La velocidad de la mecha entrante se regula de modo que los filamentos tengan un tiempo de permanencia en la solución de ácido sulfúrico de 5 segundos. De la solución sulfúrica, los filamentos pasan a otro recipiente que contiene una solución acuosa al 10% de bicarbonato sódico.

A continuación se cortan y secan. La hebra así obtenida puede teñirse intensamente con colorantes ácidos, metalizables, plastosolubles o de tina.

25. La fijeza, más particularmente frente al lavado de los colores obtenidos sobre fibras sometidas a tratamiento con ácido sulfúrico de acuerdo con el invento que aquí



c4

267151

se expone, es claramente mejor que la de los colores obtenidos sobre fibras correspondientes no sometidas a dicho tratamiento.

EJEMPLO 2.

5. Se prepara un hilo idéntico al del Ejemplo 1, pero los filamentos que salen de la hilera no se epoxidan.

10. Los filamentos, estirados bajo vapor con una relación de estiraje de 1:6,4, se mojan con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol y luego se tratan en una autoclave con vapor, bajo vacío (150 mm de Hg), a 105-110°C.

15. Luego se pasan a un recipiente que contiene una solución acuosa al 10% de ácido sulfúrico, a 25°C. La velocidad de la mecha entrante se regula para que los filamentos tengan un tiempo de permanencia de 2 segundos en la solución de ácido sulfúrico.

20. De la solución de ácido sulfúrico las fibras pasan a un recipiente que contiene una solución acuosa al 10% de bicarbonato sódico.

25. Luego se cortan y secan. La fibra así obtenida puede teñirse intensamente con colorantes ácidos, metalizables, plastosolubles o de tina. La fijeza, y más particularmente frente al lavado, de los colores obtenidos sobre las fibras sometidas a tratamiento con ácido sulfúrico conforme al invento que aquí se expone, es mejor que la de los colores obtenidos sobre fibras correspondientes no sometidas a dicho tratamiento.

EJEMPLO 3.

30. Se prepara un hilo mezclando 900 g de poli-2-

267151

= 4



5. -vinilpiridina, preparada polimerizando 2-vinilpiridina con ayuda de catalizadores estereoespecíficos (del tipo Grignard), con 9,100 kg de polipropileno dotado de las características siguientes:  $[\eta] = 1,37$ , contenido de cenizas 0,024%, residuo después de extracción heptánica 96,3%.

Se granula la mezcla a 200-210°C y se hila el granulado en las condiciones siguientes:

tipo de la hilera	60/0,8 x 16 mm
temperatura del tornillo	230°C
temperatura del cabezal	220°C
temperatura de la hilera	220°C
presión máxima	50 kg/cm <sup>2</sup>
velocidad de arrollamiento	250 m/minuto.

10. Los filamentos que salen de la hilera se estiran bajo vapor con una relación de estiraje de 1:5, se humedecen con una solución acuosa al 10% de éter diglicídico de etilenglicol, se tratan con vapor en una autoclave, bajo vacío (160 mm de Hg), a 105-110°C, y luego se rizan y cortan.

15. La hebra así obtenida se trata durante 10 minutos al punto de ebullición con una solución acuosa al 5% de ácido sulfúrico, con una relación fibra/baño de 1:20.

20. Las fibras obtenidas agotan rápidamente un baño tintóreo y los colores obtenidos tienen suma fijeza, particularmente frente al lavado, claramente mejor que la de los colores obtenidos sobre fibras correspondientes no sometidas a tratamiento con ácido sulfúrico.



267151

N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la patente italiana Nº 8020/60 del 5 de mayo de 1.960.

5. 1. Un procedimiento para mejorar en general las características tintóreas, y particularmente para mejorar la fijeza, especialmente frente al lavado, de los colores obtenidos sobre fibras preparadas por extrusión de mezclas de poliolefinas cristalinas, más particularmente el polipropileno, con polímeros básicos que contienen nitrógeno, caracterizado por el hecho de que se tratan las fibras, antes o después de tratamiento con compuestos mono- o di-epoxi, con soluciones acuosas de ácido sulfúrico y luego se las lava con agua y/o agentes alcalinos.
10. 2. Un procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de emplearse fibras constituidas por mezclas de polipropileno isotáctico cristalino con productos de condensación de diaminas y derivados de halógeno.
15. 3. Un procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de emplearse fibras constituidas por mezclas de polipropileno isotáctico cristalino con polivinilpiridinas obtenidas por polimerización radicalica o estereoespecifica.
20. 4. Un procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el tratamiento con ácido sulfúrico se lleva a cabo en solu-
- 25.

267151<sup>54</sup>



ciones acuosas de ácido sulfúrico con concentraciones que varían desde 0,01 hasta 30% en peso.

5. Un procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el tratamiento se lleva a cabo a temperatura de 15° a 100°C, durante tiempos que varían desde 1 segundo a 60 minutos.

10. 6. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el tratamiento con ácido sulfúrico de los hilos epoxidados se lleva a cabo antes o después del estiraje, continuamente o por partidas.

7. Un procedimiento para mejorar en general las características tintóreas.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de ocho páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 4 de mayo de 1.961.

MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA  
MINERARIA E CHIMICA.

p. a.

JAIMÉ ISERN MIRALLES  
P. R.

R/pp.  
tr:sb.