

Case 0.208



APR. 1962

276724

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FIBRAS TEXTILES TINGIBLES",
a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA GENERALE
PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, residente en MILANO
(Italia), Largo G. Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para mejorar las características tintóreas de las fibras obtenidas hilando mezclas a base de polímeros olefínicos cristalinos preparados por polimerización de baja presión y compuestos básicos de nitrógeno.

5.

En solicitudes de patente anteriores de la peticionaria se han descrito procedimientos para hacer más reactivas a los colorantes las fibras obtenidas por extrusión de mezclas de poliolefinas cristalinas y compuestos básicos de nitrógeno, procedimientos que consisten en someter las

10.

276724



I
fibras a la acción de compuestos diepoxi, tales como el éter diglicidílico de etilenglicol, el 4,4'-dioxidifenil-dimetil-metano y diepoxi-butano, óxidos alcalinos, diisocianatos, formaldehído y monómeros reticulantes tales como el divinilbenceno, el divinilacetileno, etc.

5.

Ahora hemos descubierto, de modo sorprendente, y este es un objeto del invento que aquí se expone, que el tratamiento con halógenos de las fibras textiles a base principalmente de poliolefinas cristalinas preparadas con catalizadores estereoespecíficos, y más particularmente de polipropileno, modificadas por la adición de un polímero que contenga nitrógeno básico, el cual tiene la función de modificador tintóreo, permite mejorar las características tintóreas de las fibras.

10.

El tratamiento que constituye el objeto de este invento es particularmente apto para los hilos a base de polipropileno y modificadores tintóreos constituidos por compuestos de nitrógeno básico con caracter polimérico, tales como las polivinilpiridinas preparadas con catalizadores estereoespecíficos y condensados básicos de epilolorhidrina.

15.

20.

El tratamiento de las fibras se realiza exponiéndolas a la acción de halógenos, y más particularmente del cloro, en estado gaseoso o líquido, o bien inmergiéndolas en soluciones orgánicas o acuosas que contienen disuelto el halógeno, a temperaturas comprendidas entre la temperatura ambiente y 150°C, y de preferencia entre la temperatura ambiente y 80°C, con concentraciones de halógeno en el disolvente variables entre 0,1 y 25%, y más particularmente entre 1 y 10%, por tiempos desde pocos segundos hasta 2 a 3 horas.

25.

30.



276724

La halogenación de las fibras puede llevarse a cabo con ayuda de radiaciones luminosas (visibles y ultravioleta) que catalizan la reacción de halogenación; también es posible efectuar la reacción en presencia de sustancias que tienen sobre las fibras acción esponjante.

La aplicación de los halógenos a que se refiere este invento se efectúa antes y/o después del estiraje de las fibras.

El tratamiento con halógenos de las fibras que contienen compuestos poliméricos de nitrógeno como modificadores tintóreos realza también la receptividad de las fibras a los colorantes (colorantes ácidos, colorantes metalizados, colorantes de cromo, colorantes de tina y colorantes plastosolubles).

La fijezza de los colorantes mejora también notablemente.

El tratamiento a que se refiere este invento puede aplicarse a las fibras que constan en esencia de poliolefinas cristalinas preparadas con catalizadores estereoespecíficos, y más particularmente de polipropileno, y compuestos de nitrógeno básicos, tales como las polivinilpiridinas cristalinas (preparadas según la solicitud de patente Nº 13047/59 a favor de la peticionaria), productos básicos de condensación de epíclorhidrina (preparados según las solicitudes de patente italianas Nº 89052/59, 20603/59, 2999/60 y 12800/60), productos de condensación de derivados dihalo/diamina (preparados según la solicitud de patente italiana Nº 1112/60 a favor de la peticionaria), polimidinas (preparadas según la patente italiana Nº 587,008 a favor de la peticionaria), etc.



276724

Los ejemplos que siguen ilustran este invento sin limitar su alcance.

E J E M P L O 1

Se prepara una mezcla, a temperatura ordinaria,

5. en una mezcladora de tipo Henschel, a base de:

polipropileno	9,500 kg
polivinilpiridina	0,500 kg

Las características del polipropileno son las siguientes:

10. $[\eta] = 1,46$
contenido de cenizas = 0,04%
residuo de la extracción con heptano = 95,2%.

Las características de la poli-2-vinilpiridina son las siguientes:

15. $[\eta] = 0,35$
punto de fusión = 189° C.

Se granula la mezcla y se la extruye en un dispositivo para hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

20. - temperatura del tornillo 195°C
- temperatura del cabezal hilador 205°C
- temperatura de la hilera 205°C
- hilera con 60 agujeros, de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud cada uno

25. - presión máxima 55 kg/cm²
- velocidad de arrollamiento 380 m/min.

Se estira la fibra en un dispositivo caldeado por vapor, a temperatura de 130°C, con una relación de esti-



276724

raje de 1:5,3.

Luego se la somete a un tratamiento de estabilización dimensional, en condiciones de encogimiento libre, a 105°C durante 60 minutos, tal como se ha descrito en la patente italiana N° 566.914 a favor de la peticionaria.

Las características serimétricas de la fibra estirada y termoestabilizada son las siguientes:

tenacidad 4,3 g/den
alargamiento 25%.

10. Las fibras se rizan luego y se cortan en hebra de 9 cm de longitud.

La hebra obtenida se inmerge durante 30 minutos a 25°C en una solución acuosa saturada con cloro, con una relación fibra/baño de 1:40, y, después de centrifugación, se la lava con agua y se la seca.

En este ejemplo y en los siguientes, la hebra así tratada se somete a tinción con los colorantes siguientes:

- amarillo de alizarina 2 G (I.C. amarillo mordiente 1) (ácido)
- 20. rojo para lana N (I.C. rojo ácido 115) "
- rojo de alizarina S (I.C. rojo mordiente 3) "
- azul de alizarina SE (I.C. azul ácido 43) "
- negro ácido IVS (I.C. negro ácido 1) "
- amarillo lanasyn GLN (I.C. amarillo ácido 113)(metalizado)
- 25. rojo lanasyn 2 GL (I.C. rojo ácido 216) "
- pardo lanasyn 3 RL (I.C. pardo ácido 30) "
- amarillo setacyl 3 G (I.C. amarillo disperso 20)(platosoluble)
- escarlata cibacet BR (I.C. rojo disperso 18) "
- azul setacyl brillante BG (I.C. azul disperso 3) "

30. La tinción se efectuó durante 1 1/2 horas al punto

276724



de ebullición, en baños que contenían 2,5% de colorante (calculado a base del peso de la fibra), con una relación de fibra/baño de 1:40.

5. El teñido con colorantes ácidos y metalizados se realizó en presencia de acetato amónico al 3% (en peso de la fibra) y de 1% de un agente tensioactivo, constituido por el producto de condensación del óxido de etileno con un alquilfenol.

10. Después de hervir durante 30 minutos, se añaden 0,2% (en peso de la fibra) de ácido acético glacial, para mejorar el agotamiento del baño.

El teñido con colorantes plastosolubles (dispersos) se efectúa en presencia de 2% de agente tensioactivo (en peso de la fibra).

15. Los hilos, después del teñido, se lavan con agua corriente, y aparecen intensamente teñidos en todos los casos, o sea con los colorantes ácidos, los metalizados y los dispersos.

20. La fijeza a la luz, al lavado y al frote resulta ser completamente satisfactoria.

E J E M P L O 2

Se prepara a temperatura ordinaria, en una mezcladora de tipo Henschel, una mezcla a base de:

polipropileno	9,500 kg
condensado de octadecilamina/epi- clorhidrina/piperazina	0,500 kg

Las características del polipropileno son las siguientes:



$\eta = 1,46$

276724

contenido de cenizas = 0,04%

residuo después de la extracción con heptano = 95,2%.

Se granula la mezcla y luego se la extruye en un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

- temperatura del tornillo 195°C
- temperatura del cabezal hilador 200°C
- temperatura de la hilera 205°C
- 10. - tipo de la hilera: 60/0,8 x 16 mm (60 agujeros de diámetro 0,8 mm y longitud 16 mm)
- presión máxima 55 kg/cm²
- velocidad de arrollamiento 380 m/min.

15. Se estira la fibra en un dispositivo cañeado por vapor, a temperatura de 130°C, con una relación de estiraje de 1:5,3.

Luego se la somete a un tratamiento de estabilización dimensional, en condiciones de encogimiento libre, a 105°C durante 60 minutos.

20. Las características serimétricas de la fibra estirada y termoestabilizada son las siguientes:

- tenacidad 4,7 g/den
- alargamiento 23,8%

25. Luego las fibras se rizan y se cortan en hebra de 9 cm de longitud.

La hebra obtenida se inmerge durante 30 minutos, a 25°C, en una solución acuosa saturada con cloro, con una relación fibra/baño de 1:40, y, después de centrifugación, se la lava con agua y se la seca.

30. Sobre esta hebra se obtienen colores intensos y



276724

sólidos con los colorantes mencionados en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 3

A temperatura ordinaria, se prepara en una mezcladora de tipo Henschel una mezcla a base de:

- 5.
- | | |
|--|-----------|
| polipropileno | 9,500 kg |
| condensado de dicloretano/hexametilendiamina, alquilado con cloruro de laurilo | 0,500 kg. |

Las características del polipropileno empleado son las siguientes:

- 10.
- $[\eta] = 1,46$
contenido de cenizas = 0,04%
residuo de la extracción con heptano = 95,2%.

La mezcla se granula y luego se extruye en un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

- 15.
- | | |
|-----------------------------------|----------------|
| - temperatura del tornillo | 195°C |
| - temperatura del cabezal hilador | 205°C |
| - temperatura de la hilera | 205°C |
| - tipo de hilera | 60/0,8 x 16 mm |
- 20.
- | | |
|------------------------------|-----------------------|
| - presión máxima | 57 kg/cm ² |
| - velocidad de arrollamiento | 380 m/min. |

Se estira la fibra en un dispositivo caldeado por vapor, a temperatura de 130°C, con una relación de estiraje de 1:5,3.

- 25.
- Luego se la somete a un tratamiento de estabilización dimensional, en condiciones de encogimiento libre, a 105°C durante 60 minutos.



276724 23

Las características serimétricas de la fibra estirada y termoestabilizada son las siguientes:

tenacidad 4,5 g/den
alargamiento 25%.

5. Luego se rizan las fibras y se las corta en hebra de 9 cm de longitud.

10. La hebra obtenida se inmerge durante 30 minutos, a 25°C, en una solución acuosa saturada de cloro, con una relación fibra/baño de 1:40, y, después de centrifugación, se la lava con agua y se la seca.

Sobre esta hebra se obtienen colores intensos y sólidos con los colorantes mencionados en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 4

15. 50 g de la hebra preparada tal como se ha descrito en el Ejemplo 1 se introducen en un matraz de 1 litro que contiene 500 cc de agua a 25°C.

Se burbujea cloro durante 30 minutos y luego se interrumpe la corriente de cloro y se retira la hebra, se la lava y se la seca.

20. Sobre la hebra así tratada, se obtienen colores intensos y sólidos con los colorantes del Ejemplo 1.

EJEMPLO 5

25. 50 g de hebra preparada como se ha descrito en el Ejemplo 2 se colocan en un matraz de 1 litro que contiene 500 cc de agua a 25°C.

Se burbujea cloro a través del líquido durante

= 10 =



276724

30 minutos y luego se detiene la corriente de cloro y se retira la hebra, se la lava y se la seca.

Sobre la hebra así tratada, se obtienen colores intensos y sólidos con los colorantes del Ejemplo 1.

= . =



N O T A

276724

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la patente italiana nº 7657/61 del 24 de Abril de 1961:

5. 1. Un procedimiento para preparar fibras textiles tingibles por extrusión de la masa fundida, seguida por estiraje, a base, en esencia, de poliolefinas cristalinas, cuyo procedimiento se caracteriza por el hecho de que mezclas de poliolefinas cristalinas con 1 a 25% en peso de compuestos básicos de nitrógeno dotados de carácter resinoso se extruyen formando fibras que, antes o después del estiraje se someten a un tratamiento con halógenos que aumenta la tingibilidad y la fiijeza de los colores obtenidos.
10. 2. Un procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en concepto de poliolefina cristalina se emplea polipropileno.
15. 3. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que los compuestos básicos de nitrógeno empleados son polímeros cristalinos de vinilpiridina, preparados con catalizadores estereoespecíficos, y más particularmente poli-2-vinilpiridina, poli-4-vinilpiridina, poli-2-metil-20. -5-vinilpiridina y análogos.
25. 4. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho

12 - 276724

23



de que los compuestos básicos de nitrógeno empleados son productos de condensación de aminas alifáticas primarias con epíclorhidrina y piperazina.

5. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que los compuestos básicos de nitrógeno empleados son poliiminas, alquiladas o no, que se obtienen por condensación de derivados de halógeno con diaminas.
10. 6. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que las fibras se tratan con halógenos, y más particularmente cloro en estado líquido o gaseoso o en soluciones orgánicas o acuosas que contengan el halógeno disuelto en ellas.
15. 7. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el tratamiento se lleva a cabo a temperaturas comprendidas entre la temperatura ambiente y 150°C, y más particularmente entre la temperatura ambiente y 80°C, con concentraciones de halógeno en el disolvente que varían de 0,1 a 25%, y más particularmente de 1% a 10%, por tiempos variables de unos pocos segundos a 2 o 3 horas.
20. 8. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que, en la preparación de las mezclas para hilar, se emplea también una pequeña proporción, que importa de 0,1 a 5% en peso de la mezcla total, de un compuesto que actúa como dispersante sólido para el condensado de nitrógeno en la masa fundida.
25. 9. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las
- 30.



1962

276724

reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la hilatura se efectua de preferencia por extrusión a través de hileras cuyos agujeros tienen una relación longitud/diámetro superior a 1.

5. 10. Un procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que las fibras extruidas se estiran con relaciones comprendidas entre 1:2 y 1:10, a temperaturas comprendidas entre 80° y 150°C, con dispositivos de estiraje calentados con aire caliente, vapor o un fluido similar o sobre una placa caldeada.

11. Un procedimiento para preparar fibras textiles tingibles.

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

Madrid, a 23 de Abril de 1962

MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica.

p.a.

JAIMÉ IZERN BAYALLES

P.E.