



14 J

278319

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LAS CARACTERISTICAS TINTÓ-
REAS DE FIBRAS TEXTILES", a favor de la firma italiana
MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria
e Chimica, domiciliada en MILANO (Italia), Largo Donegani
1-2.

- // -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para
mejorar las características tintóreas de las fibras textiles
obtenidas por extrusión de mezclas que comprenden en esencia:

5. a) una poliolefina muy cristalina, preparada con catalizado-
res estereoespecíficos, y
- b) un compuesto básico que contiene nitrógeno.

Este invento comprende además los productos mejorados
obtenidos por dicho procedimiento.

10. En memorias anteriores de la peticionaria se han
revelado algunos procedimientos dirigidos a proporcionar



278310

14

5. fibras textiles dotadas de particular receptividad para los colorantes de las diversas clases, especialmente para los colorantes ácidos, por extrusión de mezclas de las poliolefinas cristalinas con 1 a 25% en peso, en relación al peso de poliolefina, de un producto polimérico básico que contenga nitrógeno.

10. También se han expuesto algunos métodos dirigidos a mejorar todavía más las características tintóreas (y en particular la de la fijeza de los tintes) de las fibras poliolefínicas tingibles así obtenibles, por medio de un tratamiento con compuestos diepóxidos, y en particular con soluciones acuosas de éter etilenglicoldiglicídico o de éter diglicídico.

15. Ahora hemos descubierto, sorprendentemente, y este es el objeto del invento que aquí se expone, que se obtienen resultados notablemente mejores si las fibras obtenidas de las mezclas que se han definido antes se tratan, no ya con los compuestos diepóxidos previamente formados, sino con las correspondientes clorohidrinas y con hidrato sódico, que
20. forman el compuesto diepóxido en el momento del empleo o, todavía mejor, directamente, en la fibra. Los mejores resultados que se obtienen mediante este procedimiento son probablemente debidos al hecho de que se evita la pérdida de producto activo que se origina durante el envejecimiento del
25. diepóxido preformado.

Las diclorohidrinas se emplean en solución acuosa, disueltas en disolventes orgánicos o en estado anhidro.

30. El hidrato sódico se añade directamente al recipiente o aparato en que se realiza el tratamiento de las fibras, inmediatamente antes, o después, de la introducción de las fibras en dicho recipiente.

2783 19

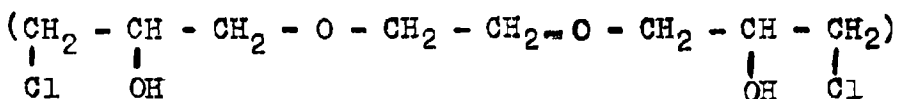


5. El tratamiento de los hilos se efectúa antes y/o después de su estiraje, por períodos que puedan variar desde escasos segundos hasta 2 o 3 horas y a temperaturas que varían desde la temperatura ambiente hasta 10° por debajo del punto de fusión del polímero. El hidrato sódico se añade a la solución de diclorohidrina en la cantidad necesaria estequiométricamente para su conversión en diepóxido. La diclorohidrina puede emplearse tanto en estado puro como en estado bruto.

10. A continuación se dan algunos ejemplos para una mejor comprensión de este invento, pero sin que impliquen restricción ninguna del alcance del mismo.

EJEMPLO 1.

15. Se prepara diclorohidrina del éter diglicídico de etilenglicol



20. introduciendo 64 g (1 mol) de etilenglicol y 0,4 cc de trifluoruro bórico en solución etérea al 45% en un matraz de tres cuellos y 500 cc de capacidad, provisto de termómetro, agitador y refrigerador de reflujo. Se calienta hasta 25. 90°C y se añaden en el curso de 2 horas 185 g de epiclorohidrina. Se mantiene en reacción la masa a 90°C durante 1 hora y luego se la enfría hasta temperatura ambiente. La diclorohidrina así obtenida, que tiene un título de alrededor del 72%, queda lista para el uso.

30.



278319

- Un hilo obtenido por hilatura en fusión de una mezcla que comprende 95% de propileno preparado con catalizadores estereoespecíficos (y que presenta $[\eta] = 1,51$, contenido de cenizas = 0,028% y residuo después de extracción con heptano = 95,6%) y 5% de condensado de octadecilamina/epiclorohidrina/piperazina, se inmerge durante 5 minutos a 25°C en una solución acuosa al 5% de la diclorhidrina de éter diglicídico de etilenglicol a la que se han añadido 13 g de NaOH por litro de solución. Por medio de rodillos exprimidores se deja en el hilo alrededor del 70% de la solución y luego se aplica un tratamiento térmico a 120°C durante 20 minutos. El hilo tratado se somete a tinción con los colorantes siguientes:
- 5. - Amarillo de alizarina 2 G (I.C. amarillo mordiente 1) (ácido)
 - 10. - Rojo para lana B (I.C. rojo ácido 115) (ácido)
 - Rojo de alizarina S (I.C. rojo mordiente 3) "
 - Azul de alizarina SE (I.C. azul ácido 43) "
 - Negro ácido JVS (I.C. negro ácido 1) "
 - 15. - Amarillo Lanasyn GIN (I.C. amarillo ácido 112) (metalizado)
 - Rojo Lanasyn 2 GL (I.C. rojo ácido 216) "
 - Pardo Lanasyn 3 RL (I.C. pardo 30) "
 - Amarillo Setacyl 3 G (I.C. amarillo disperso 20) (plastosol)
 - Escarlata Cibacet BR (I.C. rojo disperso 18) "
 - 20. - Azul brillante Setacyl BG (I.C. azul disperso 3) "
 - 25.

Las tinturas se efectuaron manteniendo el hilo en baños que contenían 2,5% de colorante en relación al peso de fibra, y con una relación fibra/baño de 1:40.



2783 1914 JUN

Las tinturas con colorantes ácidos o metalizados se efectuaron en presencia de 3% de acetato amónico (en relación al peso de fibra) y 1% de un surfactante constituido por el producto de condensación de óxido de etileno con un alquilfenol. Transcurridos 30 minutos del principio de la ebullición, se añadió 2% (con relación al peso de la fibra) de una solución de ácido acético al 10%, para mejorar el empobrecimiento de los baños.

5.

Las tinturas con colorantes plastosolubles se efectuaron en presencia de 2% (con relación al peso de la fibra) de un surfactante.

10.

Después de teñidos, los hilos se lavaron con agua corriente y aparecieron intensamente coloreados, tanto cuando se tiñeron con colorantes ácidos o metalizados como cuando se tiñeron con colorantes plastosolubles. La solidez de los tintes a la luz, el lavado y la fricción resultó enteramente satisfactoria.

15.

EJEMPLO 2.

El hilo del ejemplo 1 se pasó por un baño que contenía 100 g/litro de diclorhidrina del éter etilenglicol-diglicídico y 26 g/litro de NaOH. La velocidad de alimentación del hilo fue de 10 m/minuto; la temperatura del baño, de 30°C. Se dejó reposar el hilo en el baño de apoxidación durante 2 minutos. Luego se hizo pasar la mecha entre rodillos dejando en el hilo 2% de epóxido considerado puro. La mecha recogida se trató en autoclave con vapor a 120°C, durante 1 hora. Este hilo proporcionó, con los colorantes del ejemplo 1, colores intensos y sólidos.

20.

25.



278319

E J E M P L O 3.

5. Un hilo obtenido por hilatura en fusión de una mezcla que comprendía 95% de polipropileno preparado con catalizadores estereoespecíficos ($[\eta] = 1,51$; contenido de cenizas = 0,028%; residuo de la extracción con heptano = 95,6%) y 5% de un condensado de octadecilamina/epiclorohidrina/piperazina, se inmergió durante 5 minutos y a 40°C en una solución acuosa al 6% de la diclorohidrina del éster etilenglicoldiglicidílico. Se añadió el hidrato sódico correspondiente al 80% de la cantidad teórica de diclorohidrina; por último, se centrifugó, se trató en caliente con agua y se secó. El hilo tratado dió tintes intensos y sólidos con los colorantes del ejemplo 1.
- 10.

15. E J E M P L O 4.

20. Un hilo obtenido por hilatura en fusión de una mezcla que comprendía 95% de polipropileno preparado con catalizadores estereoespecíficos ($[\eta] = 1,51$; contenido de cenizas = 0,028%; residuo de la extracción con heptano = 95,6%) y 5% de condensado de dicloroetano/hexametilendiamina, se inmergió durante 10 minutos y a 20°C en solución acuosa al 3% de la diclorohidrina del éster etilenglicoldiglicidílico. Luego se añadió el hidrato sódico equivalente, como en el ejemplo 3, se centrifugó, se aplicó un tratamiento técnico en autoclave a 120°C durante 1 hora, se lavó con agua y se secó. El hilo tratado dió tintes intensos y sólidos con los colorantes del ejemplo 1.
- 25.



278319

EJEMPLO 5.

5. Un hilo obtenido por hilatura en fusión de una mezcla que comprendía 95% de polipropileno preparado con catalizadores estereoespecíficos ($[\eta] = 1,5$; contenido de cenizas = 0,028%; residuo de la extracción con heptano = 95,6%) y 5% de condensado de octadecilamina/epiclorohidrina/hexametilendiamina, se inmergió durante 30 minutos y a 60°C en una solución acuosa al 3% de la diclorohidrina del éter etilenglicoldiglicídico.

10. Luego se añadió el hidrato sódico como en el ejemplo 4; se trató con aire caliente a 130°C durante 20 minutos, se lavó con agua y se secó. El hilo tratado dio tintes intensos y sólidos con los colorantes del ejemplo 1.

EJEMPLO 6.

15. Un hilo obtenido por hilatura en fusión de una mezcla que comprendía 95% de polipropileno preparado con catalizadores estereoespecíficos ($[\eta] = 1,5$; contenido de cenizas = 0,028%; residuo de la extracción con heptano = 95,6%) y 5% de poli-2-vinilpiridina cristalina isotáctica de $[\eta] = 0,22$, se inmergió durante 40 minutos y a 40°C en una solución acuosa al 10% de la diclorohidrina del éter etilenglicoldiglicídico.

20. Luego se añadió el equivalente estequiométrico de hidrato sódico y por último se cantrifugó, se trató en aire caliente a 130°C durante 30 minutos, se lavó con agua y se secó. El hilo tratado dio tintes intensos y sólidos con los colorantes del ejemplo 1.

25.

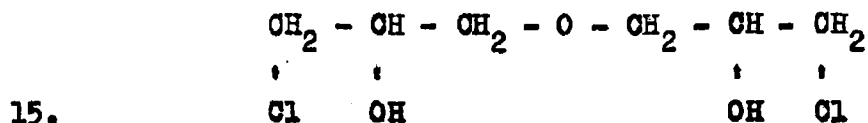


278319

E J E M P L O 7.

En un matraz de tres cuellos y de 3 litros de capacidad, provisto de termómetro de refrigerador de reflujo y de embudo de llave, se vertieron 2000 cc de monocloroglicerol y 5 cc de una solución etérea al 45% de trifluoruro bórico. Se calentó la mezcla a 95-100°C y se añadieron 610 cc de epíclorhidrina en el curso de unas 2 horas de manera que se mantuviera constante la temperatura. Terminadas las adiciones, se mantuvo el matraz a 95-100°C durante 2 horas más y se destiló en vacío el exceso de monocloroglicerol.

Luego se recogió la diclorhidrina



a 150-165°C y 3 mm de presión. El rendimiento de diclorhidrina pura fue superior al 80%.

Se preparó entonces una solución acuosa al 40% de esta diclorhidrina y se la trató con solución de NaOH en cantidad equivalente a la teórica.

En la solución así obtenida se pasó una mecha del hilo del ejemplo 1 y, después de exprimirla entre rodillos de modo que quedará en el hilo alrededor del 2% de éter diglicídico puro, se la trató con una corriente de aire caliente a 130°C durante 15 minutos. Los colores obtenidos con los colorantes ácidos y los metalizados después del tratamiento epóxido resultaron sólidos y brillantes.



NOTA

278319

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana número 11056/61 del 15 de Junio de 1961.

5. 1. Procedimiento para mejorar las características tintóreas de fibras textiles obtenidas por extrusión de mezclas que comprenden en esencia poliolefinas cristalinas y compuestos poliméricos básicos que contienen nitrógeno, caracterizado por el hecho de que se someten las fibras a la acción de una diclorohidrina y de un agente alcalino capaz de formar con dicha clorohidrina el diepóxido correspondiente.
10. 2. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que comprende el someter las fibras al mismo tiempo a la acción de la diclorohidrina y del agente alcalino.
15. 3. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que comprende el someter las fibras a la acción de la diclorohidrina y del agente alcalino en dos etapas sucesivas.
20. 4. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el tratamiento de las fibras se prolonga por un período que pueda variar desde escasos segundos a 2 o 3 horas.
25. 5. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que comprende efectuar el tratamiento de las fibras a temperaturas que varían desde la ambiente la de 10°C por debajo



278319

del punto de reblandecimiento de la poliolefina.

6. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la poliolefina cristalina es polipropileno muy cristalino.

7. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la diclorohidrina es la diclorohidrina del éter etilenglicoldiglicídico.

8. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que la diclorohidrina es la diclorohidrina del éter diglicídico.

9. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que en concepto de agente alcalino se emplea hidrato sódico.

10. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la diclorohidrina se emplea en estado anhidro o en solución en agua o en un disolvente orgánico.

11. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el compuesto básico que contiene nitrógeno y posee carácter polimérico se elige de preferencia en el grupo que comprende: los condensados de octadecilamina/epiclorohidrina/piperazina y octadecilamina/epiclorohidrina/hexametilendiamina, las piridinas polivinílicas cristalinas isotácticas y los condensados poliméricos a base de derivados dihalogenados y diaminas.

12. Procedimiento en conformidad con lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el tratamiento de las fibras se realiza de manera contí-

2783 1974 JUN



nua o discontinua, antes o después de estirarlas.

13. Procedimiento para mejorar las características tintóreas de fibras textiles.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 11 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 14 de Junio de 1962

p.a.

JAIIME ISEIN ISNALLER

P.P.