

4 FEB



15 plo en la producción de herramientas y partes de maquinaria. Las excelentes propiedades de estos poliamidos son, sin embargo, contradecidas considerablemente por su tendencia a volverse amarillos en diversas condiciones en presencia de oxígeno. El amarilleo se presenta, por ejemplo cuando los poliamidos se someten a elevadas temperaturas, cuando se lavan repetidamente con agua caliente, y cuando se exponen a la luz y se guardan después por algún tiempo en la oscuridad.

20 Esta sensibilidad de los poliamidos es especialmente inconveniente para la industria textil, donde se desea obtener fibras y fabricados de un blanco puro o de tonos de color no maculados por ninguna mancha amarillenta. Resulta pues muy trastornador el que la decoloración se presente durante algunas fases de la manufactura, es decir, cuando el poliamido fundido se descarga de una autoclave, en el hilado derretido y, sobre todo, en la colocación de cabos secos de filamentos hilados y de tejidos o de género de punto. El inconveniente del amarilleo que aparece durante estos procesos puede ser eliminado
25 parcialmente por un tratamiento de blanqueo, es decir con clorito de sodio, pero este tratamiento requiere una fase mas de trabajo y puede incluso resultar dañoso para la fibra o el tejido, Se sabe, además, que el blanqueado con clorito de sodio, si bien hace desaparecer el color
30 presente en el momento, aumenta considerablemente la tendencia de la fibra a una decoloración ulterior.

35 Las sustancias tales como fenoles y aminos, que son antioxidantes, han sido propuestas como estabilizadores en la suposición general de que la oxidación
40

282596

- 3 -

4 FEB



es una causa primaria de la decoloración de los poliamidos. Otras substancias descritas como estabilizadoras incluyen las sales del manganeso y los compuestos de fósforo, y se ha propuesto tambien utilizar combinaciones de dos o mas substancias estabilizadoras. Así, la descripción de la Patente número 2.887.462, de Estados Unidos, describe el uso de sales de manganeso con ciertos ácidos reductores, y la descripción de la Patente número 2.984.647 de Estados Unidos menciona los fosfatos de manganeso. La descripción de la Patente británica número 689.629 propone las sales de manganeso o cobre de ácido salicílico o antranílico, y la Patente francesa número 1.099.407 sugiere una combinación de sales de manganeso y cobre. Todas estas combinaciones son descritas como efectivas contra el daño por la luz. Como agentes estabilizantes para poliamidos contra el calor, la descripción de la Patente británica número 652.947 propone sales de cobre de ácidos mono-carboxílicos junto con diquetonas. La descripción de la Patente americana número 2.705.227 describe una combinación de cobre, sales inorgánicas halógenas, y compuestos de fósforo, y la descripción de Patente alemana número 1.111.376 expuesta al público para posibles oposiciones, menciona una mezcla de cerium (III) y/o titanium (III) en sales y ácidos hipofosfóricos. Esta descripción alemana señala tambien que la adición de ácidos alifáticos carboxílicos no estabiliza los poliamidos contra los efectos de la luz o el calor. Ninguna de las mencionadas combinaciones de estabilizantes han conducido hasta ahora a resultado alguno finalmente satisfactorio, como solución al problema del amarilleo originado



por el calor y por la luz.

282696

75 La presente invención prevee composiciones poli-
amidas sintéticas, especialmente apropiadas para fa-
bricar fibras textiles substancialmente exentas de color
y que poseen una estabilidad substancial contra la deco-
loración causada por el calor y la luz. La expresión
"exenta de color" se usa aquí para significar ausencia
de cualquier coloración no deseada del poliamido, pero
no excluye el color intencionadamente producido mediante
80 adición de tintes o pigmentos.

85 Las composiciones poliamidas sintéticas de la
invención comprenden un agente estabilizante compuesto
que consiste esencialmente en (1) un genol termalmente
estable, (2) una sal o ester de un oxiácido de fósforo
inorgánico, (3) una sal de manganeso, y (4) un ácido di-
carboxílico orgánico o anhídrido de ácido carboxílico
orgánico. Queda entendido, desde luego, que todos los
componentes del agente estabilizante han de ser tales que
no den lugar ellos mismos a la aparición de ningún color
90 al incorporarlos a los poliamidos, ya sea porque ellos
tengan color por sí mismos o porque den origen a subs-
tancias coloreadas por irradiación o calentamiento a las
temperaturas usadas durante la manufactura o elaboración
de poliamidos. Así, el anhídrido phthálico, que es ines-
table a la luz, no puede ser usado como componente (4).
95 Los componentes del agente estabilizante han de adaptar-
se a las limitaciones mencionadas. Así, por ejemplo, los
fenoles simples no pueden ser usados ya que se oxidan
demasiado rápidamente, pero los fenoles termalmente es-
tabilizados conteniendo uno o mas grupos de butil ter-

4 FEB



- 282696

105 ciario, tales como 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 2'2'-metileno-bis-(4-methyl-6-tert-butyl-fenol), 2'2'-metileno-bis-(4-ethyl-6-tert-butyl-fenol), ó 4'4'-butylidene-bis-(6-tert-butyl-m-cresol), han aparecido como muy adecuados. Como segundo componente, el hipofosfito de sodio y el fosfato de trifenil, ambos muy seguros, son preferibles. Para la sal de manganeso son muy convenientes la manganous lactate, manganous oxalate y manganous hipofosfito.

110 Como componente de ácido o de anhídrido ácido, resultan satisfactorios el anhídrido ácido benzoico y el anhídrido ácido hexa-hidro-phthálico. Una ventaja ulterior de la invención es la de que estos ácidos dicarboxílicos y anhídridos ácidos, además de actuar como estabilizadores, actuan tambien como terminadores de cadena para el proceso de policondensación, al hacer los poliamidos, por consiguiente, ellos pueden substituir al ácido acético que se usa habitualmente para este fin. El tipo convencional de ácido mono-carboxílico terminador de cadena no puede ser usado, (como se muestra en los ejemplos II y IX mas abajo), para substituir al componente (4) en los agentes estabilizantes de la invención.

125 Las cantidades relativas de los diversos componentes del agente estabilizante, usadas para resultados óptimos, diferirán con la naturaleza específica de los componentes. Sin embargo, combinaciones que ofrecen protección especialmente buena, contienen entre 0,02 y 0'2% de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 2'2'-metileno-bis-(4-metyl-6-tert-butyl-fenol), 2'2'-metileno-bis(4-ethyl-6-tert-butyl-fenol), ó 4'4'-butylidene-bis-(6-tert-

130



135 butyl-m-cresol), entre 0'05 y 0'5% de hipofosfito de sodio o fosfato trifenil, entre 20 y 80 partes de manganeso por millón de partes de poliamido en la forma de manganous lactate, manganous oxalate, o manganous hipofosfito, y entre 0'02 y 1'0% de ácido adípico, ácido sebáico, ácido tereftálico, anhídrido ácido benzoico o anhídrido ácido exa-hidroftálico, estando todas las proporciones basadas en el peso total de la composición de poliamido.

140 Algunas de las sustancias antes mencionadas han sido propuestas como estabilizantes para los poliamidos, pero solo como sustancias aisladas y no en combinación específica. Se ha comprobado con sorpresa que la protección conseguida tanto contra el calor como contra la luz por la combinación característica de esta invención es muy superior a la ofrecida por cualquiera de los componentes tomados separadamente. Como se prueba
145 en los ejemplos II y IX las combinaciones conteniendo solamente 3 de los componentes no dan los mismos resultados satisfactorios.

150 Los estabilizadores tienen, además, la ventaja de que trabajan bien en presencia del bioxido de titanio, el cual es incorporado habitualmente a los poliamidos como pigmento deslustrante y que se sabe que incrementa considerablemente su sensibilidad a la luz. El tinte y la adición de agentes clarificantes ópticos no contra-
155 rresta los efectos de la combinación estabilizante de esta invención y no son afectados tampoco por su presencia en los poliamidos.

160 La excelente protección obtenida mediante el nuevo estabilizador de cuatro componentes contra el ca-

4 FEB



282696 - 7 -

lor, es especialmente importante en la industria textil, ya que los poliamidos son necesariamente calentados en diversas fases de la manufactura de fibras textiles. Aunque la poli-condensación es llevada a cabo en una atmósfera nitrógena, huellas de oxígeno persisten allí, y en cualquier caso, la oxidación es posible cuando la masa fundida es descargada de un autoclave o extruída de un hilador. El poliamido no protegido se descascarea y las fibras tienen, por consiguiente, un marcado color marfil, mientras que las composiciones conteniendo el agente estabilizador de cuatro componentes de la presente invención, están exentas de color o son de un blanco puro cuando se deslustran. Otra decoloración de los poliamidos ocurre habitualmente en el proceso de calentamiento a seco y esta operación causa un considerable amarilleo de las fibras no protegidas y hace necesario un tratamiento adicional de blanqueo. Por ello es de gran valor el que las fibras poliamidas y tejidos producidos de acuerdo con la presente invención no necesiten blanqueo alguno; que poseen y conservan un blanco claro, puro y que, cuando se tiñen, producen un tono de color definido y claro sin ninguna mácula de amarillo. Las mismas ventajas manifiestan desde luego otros artículos hechos de las composiciones poliamidas, tales como películas, hojas, herramientas y muchos otros objetos.

El agente estabilizante de cuatro componentes se incorpora a los poliamidos durante el proceso de poli-condensación de la manufactura de los poliamidos, y la presencia de los componentes tiene poca o ninguna tendencia a influenciar adversamente las propiedades estruc-

4 FEB



282596 - 8 -

195

turales y mecánicas de los artículos obtenidos. Se han realizado pruebas de viscosidad, fuerza tensil, y elongación a la rotura de fibras poliamidas y no se han encontrado diferencias apreciables entre las cifras obtenidas para fibras con y fibras sin adición de los estabilizadores.

200

Las razones de la decoloración de los poliamidos no han sido todavía definitivamente determinadas, pero la sorprendentemente buena protección producida por el uso del agente estabilizante a cuatro componentes de la presente invención sugiera la siguiente posibilidad para el mecanismo de reacción.

205

La cadena de reacciones conducente a la decoloración se inicia con los radicales libres formados de huellas de impurezas bajo la influencia del calor o la luz. Estos radicales son oxidados en presencia de aire en peróxidos, los cuales a su vez originan la formación de peróxidos de poliamidos. La descomposición de los peróxidos poliamidos conduce entonces a compuestos no saturados que reaccionan con grupos finales amino-libres con la formación de sustancias eterocíclicas, v.g. pirroles. Los pirroles finalmente reaccionan por condensación con grupos keto-enol en el poliamido, produciendo así los materiales efectivamente amarillentos.

210

215

Una visión semejante del mecanismo de reacción viene substanciada por diversas observaciones. Cuando un poliamido es calentado por algún tiempo en una atmósfera conteniendo oxígeno, éste muestra una creciente absorción de oxígeno, una concentración de peróxido bastante constante, una disminución del número de grupos finales

220



aminos y una correspondiente acrecentación de la concentración de pirroles, como se puede ver en la siguiente tabla:

Calentamiento de adipamidos poliexametilenos a 150° C. al aire

225

230

Tiempo (horas)	Absorción de oxígeno (g./kg)	Concentración peróxido (mg./kg)	Concentración de grupos amino-finales (mmol/kg)	Contenido pirroleg. Absorción específica a 530 mμ
0	-	24	40,9	0,882
2	4,3	18	33,3	1,211
4	8,0	18	18,4	1,317
6	11,1	18	14,4	1,348
8	12,7	16	11,7	1,423
10	14,0	16	10,8	1,443
12	15,1	17	10,0	1,498
14	16,2	16	10,0	1,541

235

240

Determinado en una solución poliamil a 0'4% en 90% ácido formico teñido con 1% dimethyl-amino-benzaldehyde.

245

Parece probable, por lo tanto, que los peroxidos se descomponen tan deprisa como se forman y que la oxidación, aunque representa un gran papel, es solamente un eslabón complejo en la cadena de reacciones que dan como resultado la decoloración. Consecuentemente, la mera adición de antioxidantes es insuficiente; es necesario no solamente impedir la oxidación sino interrumpir el curso de las reacciones formadoras de color mas efectivamente y en diversas fases determinadas. Esto se consigue mediante el agente estabilizante a cuatro componentes de la presente invención, con lo cual los componentes individuales bloquean y hacen inofensivos cualesquiera radicales libres, reducen los peroxidos ya formados, y finalmente, bloquean los grupos amino-finales libres del poliamido.

250

255

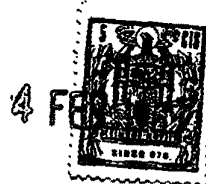
Los siguientes ejemplos ilustran la invención.



260 La poli-condensación es llevada a cabo en la forma convencional, excepto que en todos los casos donde un ácido decarboxílico o anhídrido ácido se emplea como un componente del estabilizador, no se añade ácido acético como terminador de cadena.

265 Las composiciones adipamido poliexametileno se preparan como sigue: una solución 50% acuosa de adipato-diamino hexametileno es evaporada hasta conseguir una concentración de 75 a 80 por cien y es calentada entonces en una autoclave hasta alcanzar una presión de 18 atmósferas. La presión es mantenida hasta que toda el agua ha sido evaporada y se deja entonces escapar gradualmente durante noventa minutos. La poli-condensación es
270 continuada bajo presión atmosférica durante 30 minutos a una temperatura de aproximadamente de 277° C.

275 La adición de estabilizadores, de dióxido de titanio y de cualquier agente clarificador óptico puede tener lugar en diversas fases durante la manufactura. En los ejemplos I a III el componente fenólico, el componente fosforoso y la sal de manganeso son mezclados con la solución al 50% de adipato-diamino-hexametileno. El dióxido de titanio en forma de dispersión acuosa al 20% y, si se desea, un agente clarificador óptico, son añadidos 5 minutos después de haber alcanzado la presión de
280 18 atmósferas, y el anhídrido ácido carboxílico, disuelto en un poco de etanol, es puesto en la mezcla después de haber evaporado el agua. En los ejemplos V a IX la sal de manganeso se mezcla con la solución adipato-diamino-hexametileno al 50%, el dióxido de titanio en dispersión
285 se añade 30 minutos después de haber alcanzado la presión



de 18 atmósferas y el compuesto fenólico, el compuesto fosforoso, y el ácido decarboxílico o anhídrido ácido carboxílico, disuelto en un poco de etano son añadidos después de la evaporación del agua.

La composición polycaprolactam se realiza calentando caprolactam a 90° C, mezclándolo con 1% de agua y calentándolo en autoclave durante 2 horas a 250°C. Entonces se suelta la presión y se continua la poli-condensación a la misma temperatura durante 4 horas en una atmósfera nitrógena. La adición de estabilizadores y de cualquier bioxido de titanio o agentes clarificantes ópticos puede tener lugar en diversas fases durante la manufactura. En el ejemplo IV el componente fenólico, el componente fosforoso, y la sal de manganeso son añadidos al caprolactam junto con el 1% de agua, y el anhídrido ácido carboxílico, disuelto en un poco de etanol, se añade cuando la presión ha sido aflojada.

De las composiciones poliamidas obtenidas se hilan en fusión fibras en la manera habitual y se comparan con fibras que no contienen estabilizador y con fibras conteniendo diferentes combinaciones de solo tres de los cuatro estabilizadores usados en la presente invención. La viscosidad relativa es determinada a 25°C. sobre una solución al 11% de la composición poliamida en ácido fórmico al 90%. La prueba de calentamiento es llevada a cabo con un "Thermotest Rhodiaceta" desarrollado por Rhodiaceta S.A, Paris, y fabricado por la "Societe pour la Diffusion des appareils de Mesure et de Controle S.A.", Tassin-la-demi-lune, (Rhone), Francia. En esta prueba pequeñas hebras son puestas en contacto durante

4 FEB



60 segundos con placas de metal calentadas a temperaturas entre 210 y 240°C, después de lo cual el color de la madeja es apreciado visualmente.

320

Al llevar a cabo la prueba de irradiación, se usan fibras que no contengan agente clarificador óptico, puesto que estos agentes son descompuestos por la luz y pueden volverse amarillos ellos mismos. Las fibras son expuestas a la luz solar de una intensidad igual a 7 de los standard azules, de acuerdo con la prueba 95810 de la Swiss Standard Institution (SNV) y subsiguientemente guardadas en la oscuridad durante tres meses, después de lo cual son comparados los colores de las fibras expuestas a la luz y de las no expuestas.

325

330

Todos los porcentajes de cantidades de materiales mencionadas en los siguientes ejemplos son por peso del peso total de la composición poliamida.

EJEMPLO I

335

Se hace una composición poliamida conteniendo 5 kgs. de hexametileno diamino adipate conteniendo 47'3 grs. (=1'1%) de dióxido de titanio y, como estabilizadores, 2'15 g. (=0'05%) de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 4'3 g. (=0'1%) de hipofosfito de sodio, 0'645 g. (=0'015%) de laotato manganous, igual a 30 partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 23'65 g. (=0'55%) de anhídrido-ácido-benzoico. Las briznas de poliamida obtenidas son blanco puro.

340

345

Las briznas de poliamido hechas por comparación en la misma manera conteniendo 1'1% dióxido de titanio y 0'17% de ácido acético como terminador de cadena, pero sin agentes estabilizantes, tienen un marcado color marfil.

4 FEB



282096 - 13 -

EJEMPLO II

350 Se hilan en fusión fibras de una composición poliamida hecha de 5 kg. de hexametileno diamino adipato conteniendo 47'3 g. (=1'1%) de dióxido de titanio, 4'3 g. (=0'1%) de un agente clarificante óptico "Uvitex M.P." fabricado por Ciba, A.G. Basilea Suiza, y, como estabilizadores, 2'15 g. (=0'05%) de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 4'3 g. (=0'1%) de hipofosfito de sodio, 355 0'645 g. (= 0'015%) de manganous lactate, igual a 30 partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 23'65 g. (=0'55%) de anhídrido ácido benzoico. La viscosidad relativa de las fibras es 31'5, su fuerza tensil 5'9 g./denier, y su elongación a la rotura 27'6%. Ninguna diferencia pudo ser detectada en el color de las 360 fibras antes y después de calentar a 225°C; en ambos casos las fibras son blanco puro.

365 Fibras hechas de la misma manera, pero sin adición de un agente clarificante óptico, son sometidas a la prueba de irradiación. Tanto las fibras expuestas a la luz como las no expuestas muestran la misma blancura.

370 Fibras hechas para comparación de la misma manera conteniendo dióxido de titanio y 0'17% de ácido acético como terminador de cadena, pero sin agentes estabilizantes, tienen una viscosidad relativa de 32'2, una fuerza tensil de 5 g./denier, y una elongación a la rotura de 27'1%. Mientras que el color de las fibras es originalmente marfil-blanco, se vuelve fuertemente amarillo cuando las fibras son calentadas a 225°C o cuando 375 son sometidas a la prueba de irradiación.

Se hacen fibras para comparación de la misma

4 FEB 1968



282096

- 14 -

manera conteniendo 1'1% de dióxido de titanio y solamente tres estabilizadores, a saber:

380

a) 0'1% de hipofosfito de sodio, 0'015% de manganeso lactate, igual a treinta partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 0'55% de anhídrido-ácido-benzoico, o

385

b) 0'05% de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 0'015% de manganeso lactate, igual a treinta partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 0'55% de anhídrido-ácido-benzoico, o

390

c) 0'05% de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 0'1% de hipofosfito de sodio, y 0'55% de anhídrido-ácido-benzoico, o

395

d) 0'05% de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 0'1% de hipofosfito de sodio, y 0'015% de manganeso lactate, igual a treinta partes de manganeso por millón de partes de poliamido (añadiendo 0'17% de ácido acético como terminador de cadena).

Aunque el color de todas las cuatro clases de fibras es originalmente blanco marfil, se vuelve mas o menos marcadamente amarillo cuando las fibras son calentadas a 220°C. o cuando son sometidas a la prueba de irradiación.

400

EJEMPLO III

405

Se hilan en fusión fibras de una composición poliamida hecha de 5 kg. de hexametileno diamino-adipato conteniendo 1'1% de dióxido de titanio, 0'1% de "Uvitex M.P. y, como estabilizadores, 0'05% de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 0'25% de fosfato trifenil, 0'01% de oxalato de manganeso igual a 38 partes de manganeso por millón

4 FEB 1958



282896 - 15 -

410 de partes de poliamido, y 0'55% de anhídrido ácido hexahidroftálico. La viscosidad relativa de las fibras es 34'5, su fuerza tensil 6'2 g./denier, y su elongación a la rotura 24'1%. El color de las fibras tanto antes como después de calentar a 225°C. es un blanco puro.

EJEMPLO IV

415 Se hilan fibras en fusión de una composición poliamida hecha de 5 kg. de caprolactam conteniendo como estabilizadores 0'05% de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 0'1% de hipofosfito de sodio, 0'01% de oxalato manganoso, igual a 38 partes de manganeso por millón de partes de poliamido y 0'225% de anhídrido-ácido-benzoico. La viscosidad relativa de las fibras es 28'5, su fuerza tensil 420 5'0 g/denier, y su elongación a la rotura 15'3%. El color de las fibras tanto antes como después de calentarlas a 210°C. o sometiendo a la prueba de irradiación es un blanco puro.

425 Fibras hechas para comparación en la misma manera conteniendo 0'17% de ácido acético como terminador de cadena y sin agentes estabilizantes son originalmente blancas, pero se vuelven fuertemente amarillas al calentarlas a 210°C.

EJEMPLO V

430 Se hilan en fusión fibras de una composición poliamida hecha de 1.000 kg. de adipato-diamino-hexametileno conteniendo 1'9% de dióxido de titanio y, como estabilizadores, 0'05% de 2'2'-metileno bis-(4-metyl-6-tert-butyl-fenol), 0'3% de fosfato trifenil, 0'01% de oxalato 435 manganoso, igual a 38 partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 0'4% de anhídrido-ácido-benzoico.

4 FEB



282696 - 16 -

440 La viscosidad relativa de las fibras es 36'6, su fuerza tensil 5'8 g./denier, y su elongación a la rotura 31'1%. El color de las fibras tanto antes como después de calentarlas a 225°C. es un blanco puro. Cuando las fibras se someten a la prueba de irradiación, tanto las expuestas a la luz como las no expuestas muestran la misma blancura.

EJEMPLO VI

445 Se hilan en fusión fibras de una composición poliamida hecha de 1.000 kg. de adipato-diamino-hexametileno conteniendo 1'9% de dióxido de titanio y, como estabilizadores, 0'05% de 4'4'-butylidene bis-(6-tert-butyl-m-cresol), 0'3% de fosfato trifenil, 0'01% de oxalato manganeso, igual a 38 partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 0'4% de anhídrido-ácido-benzoico. La viscosidad relativa de las fibras es 34'5, su fuerza tensil 7'2 g./denier, y su elongación a la rotura 16'6%. El color de las fibras tanto antes como después de calentar a 225°C, o cuando son sometidas a la prueba de irradiación es un blanco puro.

450

455

EJEMPLO VII

460 Se hilan en fusión fibras de una composición poliamida hecha de 5'5 kg. de adipato-diamino-hexametileno conteniendo 1'9% de dióxido de titanio y, como estabilizadores, 0'05% de 2'2'-metylene-bis-(4-metyl-6-tert-butyl-fenol), 0'3% de fosfato trifenil, 0'01% de oxalato manganeso igual a 38 partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 0'4% de ácido adipico. La viscosidad relativa de las fibras es 37, su fuerza tensil 6'6 g./denier, y su elongación a la rotura 26%. El color de

465

282695 17 -



las fibras tanto antes como después de calentar a 225°C, o cuando se someten a la prueba de irradiación es un blanco puro.

470

EJEMPLO VIII

Se hilan fibras de una composición poliamida hecha de 5 kg. de adipato-diamino-hexametileno conteniendo 1'9% de dióxido de titanio y, como estabilizadores, 0'05% de 2'2'-metileno-bis-(4-etyl-6-tert-butyl-fenol), 0'2% de fosfato trifenil, 0'01% de oxalato manganoso, igual a 38 partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 0'48% de ácido tereftálico. La viscosidad relativa de las fibras es 45, y su color tanto antes como después de calentar a 220°C. y cuando se somete a la prueba de irradiación es un blanco puro.

475

480

EJEMPLO IX

Se hilan en fusión fibras de una composición poliamida hecha de 5'5 kg. de adipato-diamino-hexametileno conteniendo 1'9% de dióxido de titanio y, como estabilizadores, 0'05% de 2'2'-metileno-bis-(4-metyl-6-tert-butyl-fenol), 0'2% de fosfato trifenil, 0'01% de oxalato manganoso, igual a 38 partes de manganeso por millón de partes de poliamido, y 0'81% de ácido sebáico. La viscosidad relativa de las fibras es 46, y su color, tanto antes como después de calentar a 220°C, o cuando se someten a la prueba de irradiación, es un blanco puro. De la misma composición poliamida se hilan hebras que tienen un título de 40 denier y compuestas de 13 filamentos. Cinco muestras de tejidos son tejidas de las hebras, una de las cuales se deja sin tratar, y las otras son lavadas durante treinta minutos en una solución acuosa mar-

485

490

495



500 tenida a una temperatura de 70°C. y conteniendo 5 g. de jabón y 2 g. de sosa por litro, secándolas después a 40°C. El lavado y secado se repite diez veces, después de lo cual las telas lavadas muestran el mismo color blanco que la muestra no tratada.

505 Fibras hechas de la misma manera, para comparación, pero conteniendo, en lugar de ácido sebácico 0'46% de ácido caproico, tienen una viscosidad relativa de 37. El color de las fibras es originalmente blanco marfil y se vuelve marcadamente amarillo al calentarlas a 220°C. o al someterlas a la prueba de irradiación.

N O T A
=====

En esta Patente de Invención se reivindica:

510 1ª.- Procedimiento de fabricación de composiciones poliamidas estabilizadas, sintéticas, que son substancialmente exentas de color y de buena estabilidad contra decoloración por calor o luz, que comprende la incorporación a estos poliamidos durante la poli-condensación, 515 de un agente estabilizante consistente en lo esencial de (1) un fenol termalmente estable, (2) una sal o ester de un oxi-ácido fosforoso inorgánico, (3) una sal de manganeso, y (4) un ácido dicarboxílico orgánico o un anhídrido ácido carboxílico orgánico.

520 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el agente estabilizante comprende: (1) entre 0'02 y 0'2% de 2'5-di-tert-butyl-hidroquinone, 2'2'-metylene-bis-(4-metyl-6-tert-butyl-fenol), 2'2'-methylene-bis-(4-etyl-6-tert-butyl-fenol), ó 4'4'-butylidene-bis-(6-tert-butyl-m-cresol); (2) entre 0'05 y 0'5% de hipofosfito de 525 sodio o fosfato trifenil; (3) entre 20 y 80 partes de man-

282096

- 19 -

4 FEB



530

ganeso por millón de partes de composición poliamida en la forma de lactato manganeso, oxalato manganeso, o hipofosfito manganeso y, (4), entre 0'2 y 1'0% de ácido adípico, ácido sebácico, ácido tereftálico, anhídrido-ácido-benzoico, o anhídrido ácido hexa-hidro-phtálico, estando las proporciones basadas en el peso total de la composición. Y

535

3ª.- "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE COMPOSICIONES POLIAMIDAS ESTABILIZADAS", de conformidad en un todo en lo esencial y fines industriales a lo descrito en la precedente memoria descriptiva.

Esta memoria consta de DIECINUEVE hojas escritas o mecanografiadas por una sola cara a doble espacio en 537 líneas.

Madrid, 14 de enero de 1963

Por autorización de la interesada.

JOSE LOPEZ
P. P.