



283581

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FIBRAS TEXTILES TINGIBLES",
a favor de la firma italiana MONTECATINI, Società Generale per
l'Industria Mineraria e Chimica, domiciliada en MILANO (Italia),
Largo G. Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para preparar fibras textiles a base de polimeros alfa-olefínicos cristalinos que son particularmente receptivos para los colorantes ácidos.

5. Se ha descrito recientemente un procedimiento para preparar policondensados de nitrógeno básico por reacción (en presencia o ausencia de disolventes y agentes de condensación) de una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} o secundarias de C_4-C_{60} , con epíclorohidrina
10. y, siguiendo a esta primera condensación, otra condensación

283581



con una o más aminas bis-secundarias alifáticas, aromáticas o heterocíclicas.

Se ha descrito también la preparación de fibras textiles a partir de mezclas de dichos policondensados y poliolefinas cristalinas preparadas con ayuda de catalizadores estereoespecíficos, más particularmente polipropileno.

El procedimiento adoptado para obtener estas fibras textiles comprende, en general:

10. 1. Mezclar el policondensado (de 1 a 25% respecto al total de la mezcla) con la poliolefina, por cualquiera de los sistemas tecnológicos conocidos.
 15. 2. Granulación de la mezcla obtenida según 1), efectuada en un dispositivo de tornillo a temperaturas a 170 a 300°C, con el fin de hacer apta la mezcla para alimentarla a los tornillos o hélices de los dispositivos de hilatura; en efecto, el empleo de la mezcla en polvo hace que sea poco homogénea y regular la alimentación de los tornillos y, por consiguiente, la hilatura.
 20. 3. Extrusión del granulado en un dispositivo de hilatura en fusión, haciéndolo pasar por hileras con agujeros de una relación longitud/diámetro superior, de preferencia, a 1 y arrollamiento del filamento hilado.
 25. 4. Estiraje e hilatura del filamento obtenido en 3.
- Son varios los policondensados que, sometidos al severo tratamiento térmico necesario para la granulación y la hilatura (etapas 2 y 3 anteriores), se alteran,



283581

mostrando un descenso de su peso molecular y decoloración.

- Ahora se ha descubierto sorprendentemente, y este es un objeto del invento que aquí se expone, que la descomposición térmica de los policondensados tingibles de nitrógeno básico puede evitarse eliminando la etapa de granulación de la mezcla y sinterizando en cambio la mezcla del policondensado con las poliolefinas a temperaturas entre 20 y 170°C.
- 5.

- Así es posible obtener las mezclas en forma de gránulos que pueden alimentarse a los tornillos de hilatura de manera regular y homogénea y no se disgregan con facilidad.
- 10.

Para obtener estos gránulos sinterizados, puede recurrirse a cualquier dispositivo, continuo o discontinuo, apto para la sinterización.

- Para preparar fibras textiles tingibles a base de poliolefinas cristalinas puede ser conveniente a veces preparar una mezcla muy rica en policondensado de nitrógeno básico y luego sinterizar esta mezcla e hilar los gránulos muy ricos en policondensado con la cantidad de poliolefina granular necesaria para lograr el porcentaje deseado de policondensados en las fibras textiles.
- 15.
- 20.

Según el invento que aquí se expone, puede mezclarse del 1 al 50% de policondensado con 99 a 50% de poliolefina.

- El método que es objeto de este invento puede aplicarse más particularmente a la mezcla de poliolefinas y policondensados de nitrógeno básico que se obtiene haciendo reaccionar, en presencia o ausencia de disolventes y de agentes de condensación, una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} o secuencias de C_4-C_{60} , con epiclorohidrina y sometiendo luego el producto de condensación a otra condensación con una o más aminas bis-secundarias alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, y
- 25.
- 30.



283581

más particularmente a las mezclas de polipropileno con policondensados de octodecilamina con epíclorohidrina y piperazina.

Las fibras se preparan extruyendo los gránulos sintetizados según el invento, y las mezclas se hacen con poliolefi-

- 5. nas y 1 a 25% en peso del policondensado de nitrógeno y, si se desea, 0,1 a 5% de un "agente dispersante sólido" para dispersar el condensado de nitrógeno en la masa fundida, agente que se elige en el grupo constituido por : los alcoholes cetílico y estearílico, el ácido estearico, la benzoina, la furcina, el estearato de vinilo, los ésteres monoestearico, diestearico o triestearico de glicerol, el estearato de monoetanolamina, la amida esteárica, las aminas alifáticas de C_6 a C_{30} , los productos de condensación del óxido de etileno con alcoholes, aminas o fenoles, la poliestearamida, el ácido poliacrílico, el poliestireno, los copolímeros de estireno, los polímeros de terpeno, etc.
- 10.
- 15.

La sinterización y la hilatura según este invento se efectúan convenientemente bajo nitrógeno exento de oxígeno.

- 20. Las fibras obtenidas de acuerdo con este invento pueden ser monofilamentos o plurifilamentos y se emplean para preparar fibras continuas o hebras o para preparar hilos o hebras engrosados.

- 25. Los monofilamentos o plurifilamentos según este invento pueden someterse apropiadamente al tratamiento para la insolubilización en agua del compuesto de nitrógeno básico; particularmente útiles para este fin son los tratamientos con formaldehído, diisocianatos, compuestos diepóxidos o agentes de reticulación transversal, tales como el divinil-benceno o análogos.

- 30. Estos tratamientos se efectúan antes o después

283581



del estiraje, y el estiraje se realiza con relaciones comprendidas entre 1:2 y 1:10, a temperaturas comprendidas entre 80° y 150°C y en dispositivos de estiraje calentados con aire caliente, vapor o un fluido análogo.

5. Las fibras así obtenidas se someten a tinte con colorantes ácidos o con colorantes plastosolubles. También presentan buena afinidad para los colorantes básicos y de tina.

10. Los gránulos sinterizados según este invento son aptos también para extruir películas, cintas y similares.

En los detalles de la realización práctica de este invento, cabe efectuar diversas variaciones y cambios sin separarse del espíritu ni del alcance de este invento.

15. Los ejemplos que siguen ilustran el invento sin limitar su alcance.

E J E M P L O 1.

20. Se prepara una mezcla a base de 100 kg de polipropileno, preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y que tiene una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 1,45 (determinada en tetrahidronaftaleno a 135°C), un residuo después de extracción con heptano de 96% y un contenido de cenizas de 0,01%, y de 5 kg de un policondensado preparado por reacción de 0,3 moles de n-octadecilamina con 1,3 moles de epíclorohidrina y 1 mol de piperazina.

25. Luego se sinteriza la mezcla en un dispositivo apto para formar comprimidos; la permanencia de la mezcla en el dispositivo de sinterización es de 1 segundo y en este dispositivo la temperatura alcanza los 90°C.

30. Los gránulos sinterizados se usan para hilar en un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones



283581

siguientes:

temperatura del tornillo	250°C
temperatura del cabezal	260°C
temperatura de la hilera	260°C

5. tipo de la hilera 192 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de altura
- | | |
|---|-----|
| presión máxima (en kg/cm ³) | 100 |
| velocidad de arrollamiento (m/min) | 500 |

10. Los hilos preparados tal como se ha descrito tienen un color claro; su viscosidad intrínseca es del 90% del valor inicial.

15. Los hilos obtenidos, después de estirados a 130°C en presencia de vapor con una relación de estiraje de 1:6, presentan las características serimétricas siguientes:

tenacidad	6 g/den
alargamiento	20%.

20. Inmediatamente después de estirado, el hilo se humedece con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol y luego se seca.

Sobre estas fibras se obtienen colores de buena intensidad y fijeza con los colorantes siguientes:

- | | |
|-------------------------|---------------------------|
| 25. amarillo sólido 2G | (colorantes ácidos) |
| rojo para lana B | " " |
| azul de alizarina ACF | " " |
| negro ácido JVS | " " |
| rojo lanasyl 2GL | (colorante metalizado) |
| 30. amarillo setacyl 3G | (colorante plastosoluble) |



283581

escarlata cibacet BR	(colorante plastosoluble)
azul de acetoquinona RHO	" "

E J E M P L O 2.

5. Se prepara una mezcla a base de 100 kg de poli-
propileno, obtenido con ayuda de catalizadores estereoespe-
cíficos y que tiene una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de
1,60 (determinada en tetrahidronaftaleno a 135°C), un resi-
duo después de la extracción con heptano de 94% y un conte-
nido de cenizas de 0,010%, y de 5 kg de policondensado pre-
parado por reacción de 0,5 moles de n-octadecilamina con
10. 1,5 moles de epíclorohidrina y 1 mol de piperazina.

15. Luego se sinteriza la mezcla en un dispositivo para
la preparación de comprimidos; la permanencia de la mezcla
en el dispositivo sinterizador es de 1 segundo; en este dispo-
sitivo la mezcla alcanza 100°C.

Los gránulos sinterizados se emplean para hilar
en un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones
siguientes:

20. temperatura del tornillo	260°C
temperatura del cabezal	265°C
temperatura de la hilera	265°C
tipo de hilera	198 x 0,8 X 16 mm
presión máxima	100 kg/cm ²
velocidad de arrollamiento	500 m/minuto.

25. Las fibras así preparadas tienen color claro y
su viscosidad intrínseca residual asciende al 85% del valor
inicial.

Después de estiradas a 130°C en presencia de
vapor, con una relación de estiraje de 1:5, las fibras



283581

obtenidas presentan las características serimétricas siguientes:

tenacidad	6,5 g/den
alargamiento	22%.

5. Inmediatamente después de estirada, la fibra se humedece con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol y luego se seca.

Sobre estas fibras se obtienen colores de buena intensidad y fiজেza con los colorantes siguientes:

- | | | |
|-----|-----------------------|---------------------------|
| 10. | amarillo sólido 2G | (colorante ácido) |
| | rojo para lana B | " " |
| | azul de alizarina ACF | " " |
| | negro ácido JVS | " " |
| | rojo lanasyn 2GL | (colorante metalizado) |
| 15. | amarillo setacyl 3G | (colorante plastosoluble) |
| | escarlata cibacet BR | " " |
| | azul de acetoquinona | " " |

E J E M P L O 3.

20. Se prepara una mezcla a base de 100 kg de polipropileno, preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y que tiene una viscosidad intrínseca de 1,3 (determinada en tetrahidronaftaleno a 135°C), un residuo después de la extracción con heptano de 95% y un contenido de cenizas de 0,029, y de 5 kg de un policondensado preparado por reacción de 0,4 moles de n-dodecilamina con 1,4 moles de epíclorohidrina y 1 mol de piperazina.

Luego se sinteriza la mezcla en un dispositivo



283581

para la preparación de pellas; la permanencia de la mezcla en el dispositivo sinterizador es de 1 segundo; en este dispositivo la mezcla alcanza la temperatura de 80°C.

5. Los gránulos sinterizados se usan para hilar en un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

	temperatura del tornillo	240°C
	temperatura del cabezal	245°C
	temperatura de la hilera	245°C
10.	tipo de hilera	198/0,8 x 16
	presión máxima	100 kg/cm ²
	velocidad de arrollamiento	500 m/minuto.

15. Después de estiradas a 130°C en presencia de vapor, con una relación de estiraje de 1:5, las fibras obtenidas presentan las características serimétricas siguientes:

	tenacidad	5,5 g/den
	alargamiento	18 %.

20. Inmediatamente después de estiradas, las fibras se humedecen con una solución acuosa al 25% de éter diglicídílico de etilenglicol y se secan.

Sobre estas fibras se obtienen colores de buena intensidad y fijeza con los colorantes siguientes:

25.	amarillo sólido 2G	(colorante ácido)
	azul de alizarina ACF	" "
	negro ácido IVS	" "
	rojo lanasyn 2GL	(colorante metalizado)
30.	amarillo setacyl 3G	(colorante plastosoluble)

= 10 =



283581

escarlata cibacet ER

(colorante plastosoluble)

azul de acetoquinona RHO

"

"



N O T A

283581

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana número 22809/61 del 21 de Diciembre de 1961:

5. 1. Un procedimiento para preparar fibras textiles tingibles, por extrusión de la masa fundida seguida por estiraje, a base de mezclas de poliolefinas cristalinas con 1 a 25% en peso de policondensados de nitrógeno básico, obtenidos por reacción, en presencia o ausencia de disolventes y agentes de condensación, de una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} o secundarias de C_4-C_{60} , con epoclorohidrina y sometiendo el producto, después de esta primera condensación, a otra reacción con una o más aminas bis-secundarias alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, caracterizado por el hecho de que la mezcla de poliolefinas y policondensados se sinteriza antes de hilarla.
10. 2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la sinterización se efectúa a temperaturas entre 20 y 170°C.
15. 3. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que se prepara una mezcla sinterizada muy rica en policondensados de nitrógeno, y, antes de hilarla, se la mezcla con la cantidad de poliolefina granulada que es necesaria para lograr el deseado porcentaje de policondensado en la mezcla.
20. 4. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de
- 25.

283581

200



que en la preparación de las mezclas para hilar se emplea también una pequeña proporción, del 0,1 al 5% del total de la mezcla, de un compuesto que actúa como agente dispersante sólido para el condensado de nitrógeno en la masa fundida.

5.

5. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que se usan polipropileno en concepto de poliolefina cristalina.

10.

6. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que los productos de condensación de nitrógeno básico se preparan haciendo reaccionar 1 mol de una o más aminas alifáticas, primarias de $C_3 - C_{30}$ o secundarias de $C_4 - C_{60}$, con 1 a 3 moles de epíclorohidrina y con 0,1 a 10 moles de una amina bis-secundaria alifática, aromática o heterocíclica.

15.

7. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que en concepto de aminas alifáticas se usan la n-dodecilamina, la hexadecilamina, la octadecilamina, la dioctadecilamina, la dioctilamina o sus sales.

20.

8. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 y 6, caracterizado por el hecho de que en concepto de amina bis-secundaria se emplea piperazina.

25.

9. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la hilatura se efectúa de preferencia por extrusión mediante hileras cuyos agujeros tienen una relación de longitud a diámetro superior a 1.

30.

10. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de



283581

que las fibras extruídas se estiran con relaciones comprendidas entre 1:2 y 1:10, a temperatura comprendida entre 80 y 150°C y con dispositivos estiradores calentados por aire caliente, vapor o un fluido semejanza.

5. 11. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que las fibras se someten, antes o después del estiraje, a tratamientos con formaldehido, isocianatos o compuestos diepóxidos, que vuelven completamente insoluble en agua el compuesto de nitrógeno de la mezcla.

10. 12. Un procedimiento para preparar fibras textiles tingibles.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 13 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

15.

Madrid, a 20 de Diciembre de 1962

p.a.

JUAN E IBERN MIRALLES