

CASE O. 235



283582

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

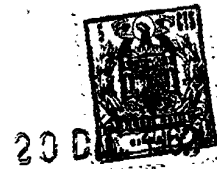
por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FIBRAS TEXTILES TINGIBLES", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA' GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

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

5. Se han descrito ya procedimientos para preparar condensados de nitrógeno básico por reacción, en presencia o ausencia de disolventes y agentes de condensación, de una o más aminas alifáticas primarias que contienen de 3 a 30 átomos de carbono, o de aminas secundarias que contienen de 4 a 60 átomos de carbono, con epíclorohidrina y
- 10.



283582

sometiendo luego el producto, posiblemente, a otra condensación con una o más aminas bis-secundarias alifáticas, aromáticas o heterocíclicas.

- También se ha descrito la preparación de fibras
5. textiles a base de mezclas de dichos policondensados y poliolefinas cristalinas preparadas con catalizadores estereoespecíficos, más particularmente polipropileno.

El procedimiento para preparar las mencionadas fibras textiles implica, en general:

10.

- 1) mezclar el policondensado (de 1 a 25% del total de la mezcla) con la poliolefina, por cualquiera de las técnicas conocidas,

15.

- 2) granular la mezcla del punto 1) por medio de un dispositivo provisto de hélice o tornillo, a la temperatura de 170 a 300°C, con el fin de hacer que la mezcla sea apta para ser alimentada a los tornillos de los dispositivos de hilatura (el uso de la mezcla en polvo, en efecto, vuelve escasamente homogénea e irregular la alimentación del tornillo y, de consiguiente, la hilatura),

20.

25.

- 3) extruir el granulado en un dispositivo de hilatura en fusión, por hileras provistas de agujeros cuya relación de longitud a diámetro es de preferencia superior a 1, seguido por arrollamiento del filamento para hilar,

30.

- 4) estirar e hilar el filamento obtenido en 3.

283582



Son varios los policondensados que, sometidos al severo tratamiento térmico necesario en la granulación y la hilatura (etapas 2 y 3 anteriores), se alteran, mostrando un descenso de su peso molecular y decoloración.

5. 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 (etapa 2 anterior) y llevando a la hilatura un gránulo obtenido revistiendo con una capa de policondensado gránulos de poliolefina.

10. El revestimiento de los gránulos de polipropileno puede efectuarse rociando el policondensado en forma de polvo o solución, o inmergiendo el granulado en una solución de policondensado o en el policondensado fundido, o por sistemas análogos.

También es posible revestir una cinta o película de polipropileno con una cinta de policondensado, por laminación.

20. Las mezclas de polipropileno con policondensados de nitrógeno básico a que se refiere este invento se hilan con considerable regularidad.

25. Para preparar fibras textiles tingibles a base de poliolefinas cristalinas, puede ser conveniente a veces preparar, por revestimiento, una mezcla muy rica en policondensados de nitrógeno básico y luego hilar los gránulos muy ricos en policondensados con la cantidad de gránulos poliolefínicos necesaria para obtener el deseado porcentaje de policondensados en las fibras textiles.

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



283582

poliolefina, al principio; sin embargo, la cantidad de policondensado presente en la fibra final no debe ser nunca superior al 25% en peso calculado en relación a la poliolefina.

5. El método que constituye un objeto de este invento puede aplicarse a cualquier tipo de policondensado de epíclorohidrina y amina, más particularmente a policondensados de nitrógeno básico obtenidos haciendo reaccionar (en presencia o ausencia de disolventes y agentes de condensación) una o más aminas alifáticas primarias, que contengan de 3 a 30 átomos de carbono, o aminas secundarias, que contengan de 4 a 60 átomos de carbono, con epíclorhidrina y sometiendo luego el producto de condensación a otra condensación con una o más aminas bis-secundarias alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, los cuales policondensados son muy útiles para revestir los gránulos de polipropileno.
- 10.
- 15.

- Las fibras se preparan por extrusión de los gránulos revestidos según este invento, los cuales, antes de la extrusión, constan de la poliolefina y 1 a 25% de peso de policondensados de nitrógeno y, posiblemente, de 0,1 a 5% de un agente dispersante sólido, para el condensado de nitrógeno en la masa fundida, elegido en el grupo constituido por los alcoholes cetílico y estearílico, el ácido estéarico, la benzoina, la furcina, el estearato de vinilo, los ésteres monoestéaricos, diestéarico y triestéarico de glicerol, el estearato de monoetanolamina, la estearamida, la N-dietanol-lauramida, las aminas alifáticas de C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub>, los productos de condensación del óxido de etileno con alcoholes, aminas y fenoles, la poliestearamida, el
- 20.
- 25.
- 30.



283582

ácido poliacrílico, el poliestireno, los copolímeros de estireno, los polímeros de terpeno y análogos.

La hilatura se efectúa convenientemente en ausencia de oxígeno, de preferencia bajo nitrógeno.

5. Las fibras obtenidas según este invento pueden ser monofilamentos o plurifilamentos y se emplean en la preparación de hilos continuos o de hebra, hilos engrosados o hebra.

10. Los monofilamentos o plurifilamentos de este invento pueden someterse a los tratamientos para hacer completamente insoluble en agua (si es preciso) el compuesto de nitrógeno básico. Con este fin son muy apropiados los tratamientos con formaldehído, diisocianatos, compuestos diepóxidos o análogos.

15. Estos tratamientos se efectúan antes o después del estiraje; este último se realiza con relaciones comprendidas entre 1:2 y 1:10, temperaturas comprendidas entre 80° y 150°C y en dispositivos de estiraje calentados con aire caliente, vapor o un fluido análogo.

20. Las fibras así obtenidas se someten por último a tinción con colorantes ácidos y con colorantes dispersos; presentan también buena afinidad para los colorantes básicos y los colorantes de tina.

25. Los gránulos según este invento son también aptos para la extrusión de películas, cintas y similares.

En los detalles de la realización práctica de este invento cabe introducir diversas modificaciones y cambios sin por ello salirse del espíritu del invento ni del alcance.

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



20 DIC

283582

EJEMPLO 1.

5. Se granula polipropileno preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y que tiene una viscosidad intrínseca  $[\eta]$  de 1,45 (determinada en tetrahidronaftaleno a  $135^{\circ}\text{C}$ ), un residuo después de extracción con heptano de 96% y un contenido de cenizas de 0,01%.

10. El producto granulado se reviste, por inmersión, con una solución metanol-bencénica de un policondensado obtenido haciendo reaccionar 0,3 moles de n-octadecilamina con 1,3 moles de epiclorohidrina y 1 mol de piperazina.

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

15.

temperatura del tornillo	250°C
temperatura del cabezal	250°C
temperatura de la hilera	250°C
tipo de hilera	192 agujeros de 0,8 de diámetro y 16 mm de longitud

20.

presión máxima (en $\text{kg}/\text{cm}^2$ )	100
velocidad de arrollamiento (metros por minuto)	500.

25. Las fibras preparadas tal como se ha descrito tienen un color claro, la viscosidad intrínseca residual de las fibras asciende al 90% del valor inicial.

30. Las fibras así obtenidas, después de estiradas a  $130^{\circ}\text{C}$  con una relación de estiraje de 1:6, presentan las características serimétricas siguientes:

283582



tenacidad (g/den)	5,8
alargamiento (%)	20.

5. Inmediatamente después de estiradas, las fibras se humedecen con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol y luego se secan.

Sobre estas fibras se obtienen colores intensos y sólidos con los colorantes siguientes:

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

EJEMPLO 2.

20. Se granula polipropileno preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y que tiene una viscosidad intrínseca  $[\eta]$  de 1,6 (determinada en tetrahidronaftaleno a 135°C, un residuo después de extracción con heptano de 96% y un contenido de cenizas de 0,009%.
25. El producto granulado se reviste por rociado con un policondensado en polvo obtenido por reacción de 0,5 moles de n-octadecil-amina con 1,5 moles de epíclorohidrina y con 1 mol de piperazina.

20 DIC



283582

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

- |     |   |                   |
|-----|---|-------------------|
| 5.  | temperatura del tornillo                | 255°C             |
|     | temperatura del cabezal                 | 250°C             |
|     | temperatura de la hilera                | 250°C             |
|     | tipo de hilera                          | 192 x 0,8 x 16 mm |
|     | presión máxima (en kg/cm <sup>2</sup> ) | 100               |
| 10. | velocidad de arrollamiento (en m/min)   | 500.              |

Las fibras preparadas tal como se ha descrito tienen un color claro y la viscosidad intrínseca residual de las fibras corresponde al 85% del valor inicial.

15.

Las fibras así obtenidas, después de estiradas a 130°C en presencia de vapor con una relación de estiraje de 1:6, presentan las características serimétricas siguientes:

20.

- |              |         |
|--------------|---------|
| tenacidad    | 6 g/den |
| alargamiento | 22%.    |

Inmediatamente después de estiradas, las fibras se humedecen con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol y luego se secan.

25.

Sobre estas fibras se obtienen colores intensos y sólidos con los colorantes siguientes:

30.



1962

2 735 82

- |    |                          |                        |
|----|--------------------------|------------------------|
|    | amarillo sólido 2G       | (colorante ácido)      |
|    | rojo para lana B         | " "                    |
|    | azul de alizarina ACF    | " "                    |
|    | negro ácido IVS          | " "                    |
| 5. | rojo lanasyn 2GL         | (colorante metalizado) |
|    | amarillo stacyl 3G       | (colorante disperso)   |
|    | escarlata cibacet BR     | " "                    |
|    | azul de acetoquinona RHO | " "                    |

10. EJEMPLO 3.

Se granula polipropileno preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y que tiene una viscosidad intrínseca  $[\eta]$  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 0,01%.

15.

El producto granulado se reviste por inmersión con una solución metanol-bencénica de un policondensado obtenido haciendo reaccionar 0,4 moles de n-dodecilamina con 1,4 moles de epoclorohidrina y con 1 mol de piperazina.

20.

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

- |     |   |                   |
|-----|---|-------------------|
|     | temperatura del tornillo                | 245°C             |
| 25. | temperatura del cabezal                 | 240°C             |
|     | temperatura de la hilera                | 240°C             |
|     | tipo de hilera                          | 192 x 0,8 x 16 mm |
|     | presión máxima (en kg/cm <sup>2</sup> ) | 100               |
| 30. | velocidad de arrollamiento (en m/min)   | 500.              |



283582

Las fibras preparadas como se ha descrito tienen un color claro y la viscosidad intrínseca residual de las fibras corresponde a 88% del valor inicial.

5. Las fibras así obtenidas se estiran a 130°C en presencia de vapor, con una relación de estiraje de 1:5,8, y presentan entonces las características serimétricas siguientes:

10.	tenacidad	5,7 g/den
	alargamiento	22%.

Inmediatamente después de estiradas, las fibras se humedecen con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilen-glicol y luego se secan.

15. Sobre estas fibras se obtienen colores intensos y sólidos con los colorantes siguientes:

	amarillo sólido 2G	(colorante ácido)
	rojo para lana B	" "
20.	azul de alizarina ACF	" "
	negro ácido IVS	" "
	rojo lanasyn 2GL	(colorante metalizado)
	amarillo stacyl 3G	(colorante disperso)
	escarlata cibacet BR	" "
25.	azul de acetoquinona RHO	" "



283582

N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente italiana N° 22810/61 del 21 de diciembre de 1.961.

- 5.
1. Un procedimiento para preparar fibras textiles tingibles, por extrusión de masa fundida y estiraje, a base fundamentalmente de poliolefinas cristalinas y 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<sub>3</sub>-C<sub>30</sub> o secundarias de C<sub>4</sub>-C<sub>60</sub>, con epiclo-  
10. rohidrina, seguida posiblemente por otra reacción con una o más aminas bis-secundarias alifáticas, aromáticas o  
15. heterocíclicas, caracterizado por el hecho de que la poliolefina se usa en forma de gránulos, estos gránulos se revisten de una capa superficial de policondensado y los gránulos revestidos se extruyen formando fibras que luego se estiran y se someten a tratamientos insolubilizadores  
20. y a tinción.
2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el reves-  
25. timiento se efectua a temperatura de 20 a 170°C, por rociado del policondensado en forma de un polvo o solución,

20 DIC.



283582

o por inmersión del granulado poliolefinico en una solución de policondensado o en condensado fundido, o bien por laminación de películas o por sistemas semejantes.

5. 3. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se prepara una mezcla muy rica en policondensado de nitrógeno y luego, antes de hilar, se añade la cantidad de poliolefina granulada necesaria para alcanzar el porcentaje deseado de policondensado en las fibras.

15. 4. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que en la preparación de las mezclas para hilar se emplea también una cantidad de 0,1 a 5%, calculado con referencia al total de la mezcla, de un compuesto que actúa como agente dispersante sólido para el policondensado en la masa fundida.

20. 5. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en concepto de poliolefina cristalina se usa polipropileno.

25. 6. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que los condensados de nitrógeno se preparan por reacción de 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 epiclorohidrina y con 0,1 a 10 moles de amina bis-secundaria alifática, aromática o heterocíclica.

30.



283582

5. 7. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 y 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 y sus sales.
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 usa piperazina.
10. 9. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la hilatura se realiza de preferencia por extrusión con hileras cuyos agujeros tienen una relación de longitud a diámetro superior a 1.
15. 10. Un procedimiento conforme a 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 y con dispositivos de estiraje calentados con aire caliente, vapor o un fluido semejante.
20. 11. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que las fibras se someten, antes o después de estirarlas, a tratamiento con formaldehído, isocianatos o compuestos diepóxidos, que hacen completamente insolubles en agua los compuestos de nitrógeno de las mezclas.
- 25.

20 DIC



283582

12. Un procedimiento para preparar fibras textiles tingibles.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 14 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

5.

Madrid, a 20 de diciembre de 1.962.

MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER  
L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA.

p. a.

JANE ISEFN MORALLES