



283583

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR, POR EXTRUSION DE LA MASA FUNDIDA Y ESTIRAJE, FIBRAS TEXTILES TINGIBLES", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en MILAN (Italia), Largo Guido Donegani 1-2.

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 policondensados básicos de nitrógeno por reacción, en presencia o ausencia de disolventes y de agentes de condensación, de una o más aminas alifáticas primarias que contienen 3 a 30 átomos de carbono, o secundarias que contienen

10.

20 DIC



283583

4 a 60 átomos de carbono, con epíclorohidrina, y sometiendo luego posiblemente el producto a otra condensación con una o más aminas bis-secundarias alifáticas, aromáticas o heterocíclicas.

5.

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

10.

En general, el procedimiento para preparar estas fibras textiles implica:

15.

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

20.

2) granular la mezcla del punto 1) a la temperatura de 170-300°C, para hacerla apta para alimentarla a los tornillos transportadores de los dispositivos de hilatura (el uso de la mezcla en polvo, en efecto, vuelve escasamente homogénea e irregular la alimentación de los tornillos transportadores y, por consiguiente, la hilatura),

25.

3) extruir el granulado en un dispositivo de hilatura en fusión, por medio de hileras dotadas de agujeros cuya relación longitud/diámetro es de preferencia superior a 1, seguido por arrollamiento de los filamentos hilados,

30.

4) estirar y acabar el filamento obtenido en 3).

283583



20 DIC. 1956

5.

Diversos policondensados, cuando se someten al severo tratamiento térmico requerido en la granulación y la hilatura (etapas 2 y 3 anteriores), se alteran, manifestando una disminución de su peso molecular y decoloración.

10.

Ahora se ha descubierto sorprendentemente, y este es un objeto del invento aquí expuesto, que la descomposición térmica de los policondensados básicos de nitrógeno, tingibles, puede impedirse efectuando las operaciones de granulación e hilatura bajo una atmósfera de gas inerte, más particularmente bajo gases exentos de oxígeno.

15.

Se ha comprobado que es útil para este fin el nitrógeno que contiene de 1 a 100 p.p.m. de oxígeno, así como también los gases inertes, helio, criptón, argón y xenón.

20.

El nitrógeno exento de oxígeno debe usarse tanto en la etapa de granulación como en la etapa de extrusión, y asimismo en la trayectoria desde la hilera hasta los tambores de arrollamiento.

25.

Con este fin, los dispositivos empleados para la granulación y la hilatura se someten a las modificaciones necesarias, las cuales consisten en esencia en aplicar compuertas de admisión y de descarga para el gas inerte.

Por lo que atañe a la aplicación del gas inerte entre la hilera y el dispositivo de arrollamiento, es necesario, en cambio, interponer en dicha zona un elemento que



283583

20 011

permita concentrar en una área restringida la corriente de gas:

5. El método que constituye un objeto de este invento puede aplicarse en particular a los policondensados básicos de nitrógeno obtenidos por reacción (en presencia o ausencia de disolventes y agentes de condensación) de una o más aminas alifáticas primarias, provistas de 3 a 30 átomos de carbono, con epíclorohidrina y sometiendo luego el producto de la condensación a otra condensación con una o más aminas bis-secundarias, alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, y más particularmente a la mezcla de polipropileno con policondensados de octadecilamina con epíclorohidrina y piperazina.

15. Las fibras se preparan extruyendo mezclas de poliolefinas y 1 a 25% en peso de policondensados de nitrógeno, más, posiblemente, 0,1 a 5% de un agente dispersante sólido para el condensado de nitrógeno en la masa fundida, elegido en el grupo constituido por el alcohol cetílico y el estearílico, el ácido esteárico, la benzoina, 20. la furcina, el estearato de vinilo, los ésteres mono-, di- y tri-esteáricos de glicerol, el estearato de monoetanolamina, la estearamida, la N-dietanol-lauramida, las aminas alifáticas de C_6-C_{30} , los productos de condensación del óxido de etileno con alcoholes, aminas y fenoles, 25. la poliestearamida, el ácido poliacrílico, el poliestireno, los copolímeros de estireno, los polímeros de terpeno y análogos.

30. Las fibras obtenidas según este invento pueden ser monofilamentos o plurifilamentos y se usan para la preparación de hilos continuos o de hebra, hilos engrosados o hebra.

283583



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

Conforme a este invento pueden prepararse también películas, cintas y análogos.

10. 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.

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

15. EJEMPLO 1.

20. Se prepara una mezcla a base de 95 kg de polipropileno, preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y que tiene una viscosidad intrínseca [1.45] de 1.45, un residuo después de la extracción con heptano de 96% y un contenido de cenizas de 0.010%, y de 5 kg. de un policondensado preparado por reacción de 0.3 moles de octadecilamina con 1.3 moles de epíclorhidrina y 1 mol de piperazina.

25. Se granula la mezcla por extrusión en las condiciones siguientes:

presión de nitrógeno	0,5 atmósferas
temperatura de extrusión	240°C
capacidad del tornillo transportador	30 kg/hora.

30.

20 DIC. 1961



283583

Se hila el granulado en un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

	temperatura del tornillo	250°C
5.	temperatura del cabezal	255°C
	temperatura de la hilera	255°C
	tipo de la hilera	192 x 0,2 x 16 mm
	presión de nitrógeno en el tornillo	0,5 atmósferas
	presión de nitrógeno	5 atmósferas
10.	temperatura de extrusión	245°C
	capacidad del tornillo transportador	30 kg/hora.

Se hila el granulado en un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

15.	temperatura del tornillo	250°C
	temperatura del cabezal	260°C
	temperatura de la hilera	260°C
	tipo de hilera	192 agujeros, 0,8 mm de diámetro, 16 mm de longitud
20.	presión de nitrógeno en el tornillo	0,5 atmósferas
	caudal de paso del nitrógeno en la zona entre la hilera y el dispositivo de arrollamiento	0,2 m/segundo
25.	velocidad de arrollamiento	500 m/minuto.

Las fibras preparadas actuando en ausencia de oxígeno tienen un color claro, a diferencia de lo que ocurre cuando la granulación y la hilatura se efectúan en presencia de oxígeno atmosférico.

283583 20 DIC



5. Además, la viscosidad intrínseca residual de las fibras preparadas bajo atmósfera de nitrógeno corresponde al 92% del valor inicial, mientras que la viscosidad intrínseca $[\eta]$ de las fibras preparadas en presencia de oxígeno atmosférico asciende al 55% del valor inicial.

EJEMPLO 3.

10. Se prepara una mezcla a base de 95 kg de polipropileno, preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos y que tiene una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 1,3 (medida en tetralina a 135°C), un residuo después de la extracción con heptano de 95% y un contenido de cenizas de 0,012%, y de 5 kg de policondensado preparado por reacción de 0,4 moles de dodecilamina con 1,4 moles de epiclohidrina y 1 mol de piperazina.

15. Se granula la mezcla por extrusión en las condiciones siguientes:

	presión de nitrógeno	0,5 atmósferas
20.	temperatura de extrusión	230°C
	capacidad del tornillo	30 kg/hora.

25. Se hila el granulado con un dispositivo de hilatura en fusión, en las condiciones siguientes:

	temperatura del tornillo	240°C
	temperatura del cabezal	240°C
	temperatura de la hilera	240°C
	tipo de la hilera	192 x 0,8 x 16 mm
30.	presión de nitrógeno en el tornillo	0,5 atmósferas



283583

caudal de paso del nitrógeno en la zona entre la hilera y el dispositivo de arrollamiento 0,2 m/segundo
velocidad de arrollamiento 500 m/minuto.

5. Las fibras preparadas actuando en ausencia de oxígeno tienen un color claro, a diferencia de lo que ocurre cuando la granulación y la hilatura se efectúan en presencia de oxígeno atmosférico.

10. Además, la viscosidad intrínseca residual de las fibras preparadas bajo atmósfera de nitrógeno corresponde al 88% del valor inicial, mientras que la viscosidad intrínseca de las fibras preparadas en presencia de oxígeno atmosférico asciende al 50% del valor inicial.



283583

NOTA

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente italiana N° 22811/61 del 21 de diciembre de 1961.

- 5.
1. Un procedimiento para preparar, por extrusión de la masa fundida y estiraje, fibras textiles tingibles, a base de mezclas de poliolefinas cristalinas con 1 a 25% en peso de policondensados básicos de nitrógeno, obtenidos haciendo reaccionar, en presencia o ausencia de disolventes y agentes de condensación, una o más aminas alifáticas, primarias de $C_3 - C_{30}$ o secundarias de $C_4 - C_{60}$, con epíclorohidrina, siguiendo posiblemente a la primera condensación otra reacción con una o más aminas bis-secundarias, alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, caracterizado por el hecho de que la granulación y la hilatura de la mezcla se efectúan bajo una atmósfera de gases inertes, más particularmente exenta de oxígeno.
- 10.
- 15.
20. 2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que tanto en la etapa de granulación como en la de hilatura, y posiblemente también en la zona entre la hilera y el tambor de arrollamiento, se usa nitrógeno que contiene 1 a 100 partes por millón de oxígeno.
- 25.

20



283583

3. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que se hilan bajo nitrógeno exento de oxígeno mezclas de polipropileno cristalino, preparado con ayuda de catalizadores estereoespecíficos, y de policondensados de octadecilamina o dodecilamina con epíclorhidrina y piperazina.

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 usa también un compuesto que actúa como agente dispersante sólido para el policondensado en la masa fundida, en la proporción de 0,1 a 5% en peso de la mezcla total.

5. Un procedimiento para preparar, por extrusión de la masa fundida y estiraje, fibras textiles tingibles.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 9 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 20 de diciembre de 1962.

MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER

L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA.

p. a.

JAME ISERN MIRALLES