

EX-I
12885



316892

316892

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía,
a favor de :

A.C.S.A. - Applicazioni Chimiche S.p.A.

entidad italiana, domiciliada en C.so
Europa 20, MILAN, Italia, relativa a :

"PROCEDIMIENTO PARA TENER POLIMEROS DE
CLORURO DE VINILO".

= = = = =

Inventor: Francesco Denti y Graziano
Morandi.

Prioridad: Solicitud de Patente en Italia
nº 18321/64 del 25 agosto 1964.



316892

316892

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a un procedimiento para teñir cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico (I.S.) y más particularmente se refiere a un procedimiento para teñir fibras, filamentos, películas o cuerpos configurados similares de cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico (I.S.). - - - - -

10. La expresión cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico, cuando se utiliza en esta memoria y en las reivindicaciones, se refiere a los homopolímeros del cloruro de polivinilo preparados a una temperatura comprendida en el intervalo desde aproximadamente -10°C a -60°C , con una viscosidad intrínseca (η) más alta que 0.7 dl/g y con un índice sindiotáctico más alto que aproximadamente 2 (definiéndose el índice sindiotáctico por la relación de absorción por las bandas I.R. D, 635 y D 692 cm^{-1} según ha sido descrito por Burleigh, J.A.C.S. 82, página 749, 1960), así como a sus copolímeros o sus mezclas que contienen por lo menos 85 % en peso de cloruro de vinilo. - - - - -

20. En general, estos polímeros de cloruro de vinilo con alto índice sindiotáctico, tienen una escasa afinidad respecto a los tintes y no absorben fácilmente líquidos acuosos; por

316892

20



consiguiente es muy difícil obtener un teñido satisfactorio especialmente cuando están en forma de productos fuertemente orientados. - - - - -

5. Se ha hallado ahora que los polímeros de cloruro de vinilo con un alto índice sindiotáctico, pueden ser teñidos satisfactoriamente por medio de uno o más tintes disueltos o dispersados en medios acuosos, realizando la operación de teñido o a una temperatura más alta que 100°C y a una presión más alta que la atmosférica o a temperatura de ebullición en presencia de un agente hinchante generalmente llamado "carrier."
- 10.

15. Por consiguiente, es objeto de la presente invención un procedimiento para teñir cloruro de polivinilo con un alto I.S., en el cual estos cloruros de polivinilo con un alto I.S. pueden ser teñidos con una solución o una dispersión acuosa de uno o más tintes o a una temperatura más alta que 100°C y a una presión más alta que la atmosférica o a temperatura de ebullición en presencia de un agente hinchante generalmente llamado "carrier". - - - - -

20. El término "tinte" se utiliza aquí en su más amplio sentido según se utiliza usualmente en la industria del teñido y se sobreentiende que no solamente comprende las materias colorantes coloreadas en sí y que tienen también afinidad con respecto a uno o más materiales textiles, tales como por ejemplo tintes de tina que pueden aplicarse como una dispersión en forma reducida o como una dispersión en forma no reducida,
25. y los tintes insolubles dispersados, o tintes de ésteres sul-

316892



fúricos del tipo usado para el acetato de celulosa, sino también substancias que deben ser transformadas en materias colorantes sobre materiales textiles tales como por ejemplo las substancias usadas en el teñido azoico. - - - - -

5. El cloruro de polivinilo con un alto I.S. puede ser teñido en forma de filamentos, fibras, hilados, películas, tejidos, piezas o productos configurados similares. - - - - -

10. Son tintes apropiados, por ejemplo, los tintes dispersados conocidos por el nombre comercial de tintes de Acetochinone de Francolor, o los tintes Foron o los tintes Artisile de Sandoz. - - - - -

15. Como ya se ha dicho, el teñido de cloruro de polivinilo puede ser realizado también en presencia de un agente hinchante generalmente llamado "carrier". Son agentes hinchantes apropiados los usados para los poliésteres aromáticos e incluyen fenoles, por ejemplo, fenol, m-cresol, m-metoxifenol, beta-naftol y catecol; aminas, tales como alfa-naftilamina, guanidina, anilina y sales hidrosolubles de anilina; ácidos carboxílicos, por ejemplo ácido beta-naftoico, ácido salicílico y ácido metacrílico; amidas, por ejemplo dimetilformamida, dietilformamida, dimetilacetamida, p-toluensulfamida y melamina; alcoholes, por ejemplo alcohol bencílico; cetonas, por ejemplo acetofenona y ciclohexanona; nitrilos, por ejemplo glutaronitrilo y adiponitrilo, cianhidrina etilénica y lactonitrilo; y otros materiales por ejemplo nitrobenzeno, fosfato tricresílico, tetracloroetano y tetrametilsulfona. Al-

316892 20 AGO



gunos de estos compuestos son conocidos bajo el nombre comercial de "Levegal PT" de Bayer, "Dilatina TC" de Sandoz, o "Solvant FT" de Francolor. - - - - -

5. El agente hinchante es convenientemente disuelto o dispersado en agua o en un medio acuoso y esta disolución o dispersión es usada como líquido para un tratamiento preliminar, preferentemente a alta temperatura por ejemplo a 90-110°C. -

10. Si se desea, el agente hinchante puede ser incorporado en el líquido de tinte. Los agentes hinchantes, insolubles en agua, se dispersan ventajosamente por ejemplo por medio de una sal como un sulfato de alcohol graso de cadena larga. - -

15. Los métodos usados en la presente invención dan excelentes resultados en el teñido de artículos configurados de cloruro de polivinilo con un alto I.S. y permiten obtener colores muy oscuros los cuales tienen una óptima solidez a la luz, al borronco, al lavado en seco, etc. - - - - -

Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar mejor las ventajas de la presente invención. - - - - -

Ejemplo 1

20. En un aparato de teñido bajo presión, con una capacidad total de alrededor de 20 litros, se introducen 1000g. de artículos de cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico. Los artículos son limpiados a 127-128°C durante 20-30 minutos, con una solución que contiene 1 % de un deter-

316892

20 AGO



gente no ionógeno, por ejemplo Ultrawon 1099 de Ciba, y 0.5 % de pirofosfato sódico; luego se lavan con agua. - - -

5. Este aparato es después alimentado con una solución acuosa que contiene 2 g/l de un agente dispersante (Ultrawon WM de Ciba) y 30 g. de un tinte azul Foron BGI de Sandoz. Manteniendo la presión en el aparato de teñido aproximadamente a 2.8 kg/cm², la temperatura del baño se eleva a 120°C en 3/4 h. - - - - -

10. En el interior del aparato, la temperatura se mantiene a 120°C durante 90 minutos, luego se enfría el aparato, se lavan los artículos con agua fría y se tratan con un anties-tático (Avitex NA de Du Pont: 2.5 % con respecto a la fibra) durante 20 minutos a 30°C; luego se descarga el aparato. - -

15. El artículo coloreado así obtenido es centrifugado y secado aproximadamente a 80°C en el aire. - - - - -

Los artículos tienen un intenso color azul y las siguientes solidez :

- solidez al borroneo = 5
- solidez a la luz del sol = 5-6
- 20. solidez al lavado en seco = 4
- solidez al lavado con agua a 40°C = 5

La solidez al borroneo se determinó según las normas "UNI", usando el borroneómetro ("Crockmeter"). - - - - -

La solidez a la luz del sol se determinó según las nor-

316892

20 AD



mas "UNI", usando la escala de los colores azules. - - - - -

La solidez al lavado en seco y al lavado con agua a 40°C se determinaron según las normas "UNI". - - - - -

Ejemplo 2

5. A un baño de tinte compuesto de :
- 2 g/l de un dispersante Ultrawon WM de Ciba.
 - 4 % de PT Levegal de Bayer como "carrier"
 - 30 g de tinte escarlata Foron GFL en forma finamente subdividida,
10. se le añaden 1000g. de artículos de cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico, previamente limpiados como en el ejemplo 1. La temperatura del baño se lleva hasta 98-100°C en alrededor de 3/4 h. y esta temperatura se mantiene durante 90 minutos. - - - - -
15. Al final, el baño se enfría, los artículos se lavan con agua y se añade un antiestático (Avitex NA de Du Pont), luego los artículos son descargados, centrifugados y secados. -
- Las fibras tienen un intenso color escarlata y las siguientes solidezces :
20. solidez al borroneo = 5
solidez a la luz del sol = 5-6
solidez al lavado en seco = 4
solidez al lavado con agua a 40°C = 5.

316892

20



N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

- 5. 1.- Procedimiento para teñir polímeros de cloruro de vinilo, en particular polímeros con un alto índice sindiotáctico, caracterizado porque los polímeros se tiñen con un tinte disuelto o dispersado en agua o a una temperatura más alta que 100°C y a una presión más alta que la atmosférica o a temperatura de ebullición en presencia de un agente hinchante generalmente llamado "carrier". - - - - -
- 10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los polímeros de cloruro de vinilo con un alto índice sindiotáctico están en forma de filamentos, fibras e hilados. - - - - -
- 15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los polímeros de cloruro de vinilo con un alto índice sindiotáctico están en forma de tejidos, piezas o productos configurados similares. - - - - -
- 20. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado porque el teñido se realiza a temperatura de ebullición en presencia de un agente hinchante generalmente llamado "carrier" del tipo utilizado para los poliésteres aromáticos. - - - - -

316892

20 AGO 1965



5.- "PROCEDIMIENTO PARA TENER POLIMEROS DE CLORURO DE VINILO". -----

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 20 AGO 1965

P.A.

M. CURELL SUÑOL