

16761

EX-I



340385

PATENTE DE INVENCION

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 Foro
Bonaparte 16, Milán, Italia, relativa a:

"PROCEDIMIENTO DE TRÁFICO DE ARTICULOS DE
CLORURO DE POLIVINILO"

=====

Inventores: Corrado Mazzolini, Sergio Lo
Monaco y Giorgio Cazzaro

Prioridad: Solicitud de patente en Italia
nº Verb. 17596 de fecha 6 mayo
1966.

**POOR
QUALITY**

340385

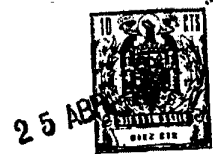
MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a un procedimiento para teñir de modo continuo, uniforme y profundo, artículos configurados, tales como fibras, filamentos, películas, etc. obtenidos de cloruro de vinilo y se refiere de modo particular al teñido de fibras u otros cuerpos de cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico. - - - - -

10. La expresión cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico, tal como se usa en la presente memoria y reivindicaciones comprende tanto los homopolímeros de cloruro de vinilo como sus copolímeros o mezclas de polímeros con por lo menos 85% en peso de cloruro de vinilo, que tengan un índice sindiotáctico superior a 1,8 (definiéndose el índice sindiotáctico por la relación de absorción en las franjas de infrarrojos D 635 y D 692 cm^{-1} , según lo descrito por Fordham, Durleigh y Sturm, J.A.C.S. vol. KLI págs. 73-82, 1959). - - - - -

20. El cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico puede transformarse en fibras mediante hilatura en seco o en húmedo, y las fibras así obtenidas presentan excelentes propiedades químicas y físicas y una excelente estabilidad al calor y a la limpieza en seco. - - - - -

340385



Por el contrario, su teñibilidad no es tan buena, dado que es muy escasa la afinidad de estas fibras para con las materias tintóreas. - - - - -

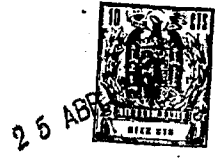
5. Por otra parte, siendo dichas fibras hidrófugas y mucho más cristalinas que las fibras de cloruro de polivinilo tradicionales, es difícil hacer que el tinte penetre en las fibras si no se realiza el proceso bajo presión.-

10. El método más satisfactorio y práctico de teñir estas fibras es el de incorporar el tinte en la solución de hilatura antes de su extrusión a través de una hilera de toberas. Este método presenta, no obstante, muchos inconvenientes, el principal de los cuales está constituido por el hecho de que debe prepararse a la vez una gran cantidad de fibras del mismo color, ya que, cuando hay que hacer un cambio de color, todo el aparato de hilar debe limpiarse primero por completo para quitar toda traza del tinte usado. - - - - -

20. Se ha encontrado ahora, por el solicitante, y ello es el objeto de la presente invención, que es posible teñir de un modo continuo, rápido, uniforme y profundo, fibras u otros cuerpos configurados obtenidos por hilatura en húmedo o en seco de cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico, mediante un procedimiento que comprende las siguientes etapas: - - - - -

25. a) sumergir las fibras, acabadas de hilar y aún no sometidas a tratamiento de secado, en un baño de tinte,

340385



b) regular de modo adecuado la cantidad de colorante en las fibras, - - - - -

c) someter a continuación las fibras coloreadas a un tratamiento térmico a alta temperatura, y - - - - -

5. d) quitar el exceso de colorante mediante lavado.-

De hecho, se encontró de manera sorprendente que sólo haciendo seguir inmediatamente la impregnación de la fibra con una solución o dispersión de un colorante, por un tratamiento térmico a alta temperatura es posible teñir de modo uniforme y profundo las fibras de cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico. - - - - -

10.

El tratamiento con una solución o dispersión de por lo menos un colorante puede realizarse en cualquier etapa durante el proceso de hilatura, con anterioridad a cualquier tratamiento térmico de secado, y en la cual las fibras se hallan en condición tal que puedan incorporar el colorante. - -

15.

Por consiguiente, por ejemplo, este tratamiento puede efectuarse durante o después de la coagulación de la fibra, o después de que la fibra ha sido coagulada y lavada o durante o después del estirado. - - - - -

20.

Además dicho tratamiento puede realizarse durante el ciclo de hilatura o subsiguientemente, a condición de que dichas fibras no hayan sido sometidas a un tratamiento térmico de secado intermedio. - - - - -

340385



En general, los mejores resultados se obtienen cuando las fibras son estiradas hasta su máximo valor deseado, antes de ser sumergidas en el baño de tinte. - - - -

5. No obstante, en la práctica es también posible estirar parcialmente las fibras antes de teñir; en este caso el estirado siguiente, hasta lograr el valor deseado, se realiza ya sea después del tratamiento térmico, ya sea después del secado. - - - - -

10. El baño de tinte puede componerse, ventajosamente, de una solución o dispersión acuosa de por lo menos un colorante, si bien pueden también usarse soluciones o dispersiones no acuosas. - - - - -

15. La temperatura del baño de tinte no es crítica con respecto al tono o profundidad del color que debe obtenerse. - - - - -

Por consiguiente, pueden utilizarse todas las temperaturas que van desde la temperatura ambiente hasta la de 100°C. - - - - -

20. En cualquier caso, una de las ventajas de la presente invención es la de que es posible obtener un teñido uniforme, profundo y rápido operando a temperatura ambiente.-

25. No obstante, en el caso de que el teñido se haga durante el estirado, la temperatura resulta demasiado elevada, ya que el estirado se realiza a una temperatura que oscila de 90°C a 130°C. - - - - -

340385



La concentración del colorante en el baño de tinte depende tanto de cada colorante particular utilizado como del tono y profundidad de color que se deseen obtener. -

5. En general dicha concentración puede variar desde una concentración muy baja, de 0,001% en peso, hasta una solución saturada de colorante y también hasta la impregnación de la fibra con el colorante. - - - - -

10. No obstante, en la práctica se consigue una mejor penetración del colorante y una uniformidad de color empleando como baño tintóreo soluciones relativamente diluidas. - - - - -

15. Durante el teñido, la concentración del baño de tinte se mantiene constantemente en el valor deseado, añadiendo, de modo adecuado, una solución o una dispersión del tinte a una concentración tal que reintegre el tinte extraído por las fibras. - - - - -

20. En general, todos los colorantes solubles al agua y dispersables en agua, incluidos pigmentos, pueden emplearse de modo ventajoso. Específicamente, entre los que podemos mencionar, se hallan los tintes de tina, de azufre, directos, metalizados, básicos, ácidos, azoicos y plastosolubles, etc. - - - - -

No obstante los mejores resultados se consiguen empleando colorantes plasto-solubles. - - - - -

25. El tiempo durante el cual la fibra permanece sumer-

340385

25



gida en el baño de tinte es muy corto y es tal que no retrasa el ciclo de hilatura. Este tiempo depende del denier de las fibras y no del número de filamentos que componen el haz, y en general varía entre algunas fracciones de segundo y algunos segundos. - - - - -

5.

A fin de regular el contenido de colorante en las fibras según el tono del color que debe obtenerse, según la presente invención, las fibras que salen del baño de tinte se someten a escurrido. El escurrido de las fibras puede hacerse de cualquier modo adecuado. Así, por ejemplo el haz puede hacerse pasar a través de rodillos de presión o bien a través de una estrecha abertura o sobre un ángulo agudo bajo tensión, etc. Preferiblemente, sin embargo, se usa un par de rodillos de presión, con lo que puede variarse a voluntad la presión aplicada al haz entre los dos rodillos. - -

10.

15.

Según el presente método es necesario e indispensable hacer que el tratamiento con una solución o dispersión de un colorante y el subsiguiente escurrido de las fibras sea seguido de un tratamiento térmico a alta temperatura a fin de fijar la estructura de la fibra y por lo tanto incluir firmemente el colorante en las fibras. - - - - -

20.

Dicho tratamiento térmico se realiza a una temperatura superior a los 100°C y preferiblemente comprendida entre 120 y 220°C. - - - - -

25.

Según el procedimiento de la presente invención, las fibras coloreadas después del tratamiento térmico son la-



340385

vadas con agua caliente o soluciones acuosas de jabón o de otro detergente, preferiblemente a temperatura de ebullición, a fin de quitar el exceso de colorante que no ha quedado incluido dentro de las fibras. - - - - -

5. Las fibras así obtenidas pueden someterse a nuevos tratamientos adicionales, tales como acabado, lubricación, etc. antes de ser secadas al aire o en gas inerte a una temperatura comprendida entre 100°C y 200°C. - - - - -

10. Las fibras teñidas así obtenidas presentan excelentes propiedades físicas además del hecho de quedar teñidas de modo profundo y uniforme tanto en su sección transversal como a lo largo de su longitud. - - - - -

15. Con referencia a la figura 1 se describirá ahora un método preferido de realización de la presente invención. Una mecha de filamentos (haz) 1 obtenido por hilatura en seco o en húmedo, según los métodos conocidos, de cloruro de vinilo que tiene un alto índice sindiotáctico, a la salida del baño de coagulación o de la columna de evaporación es lavada, por lo menos parcialmente estirada, pasada alrededor del rodillo guía 2 y sumergida en el baño de tinte 3 mediante los rodillos de guía 4 y 5. La mecha de filamentos teñidos 6 es estirada por los rodillos de presión 7 que regulan la cantidad de tinte sobre las fibras, eliminando así la cantidad excedente. La mecha de filamentos teñidos se so-
20. mete a continuación a tratamiento térmico haciéndolo pasar
25. alrededor de una serie de rodillos calientes 8. La mecha de

340385



5. filamentos teñida y seca así obtenida, se lava abundantemente con agua hirviendo que puede también contener algún detergente y que a continuación se somete a otros posibles tratamientos comúnmente denominados acabados y finalmente se seca. - - - - -

Se dan los siguientes ejemplos para mejor explicar el concepto inventivo de la presente invención: - - - -

EJEMPLO 1

10. 2 kg de cloruro de polivinilo, que tenía un índice sindiotáctico de 2 y una viscosidad intrínseca (η) de 1,3 dl/g, determinada en ciclohexanona a 25°C se disolvieron a 145°C en 8 kg de ciclohexanona. La solución obtenida fué extruída a través de una hilera de toberas de 500 agujeros, siendo cada agujero de 0,125 mm de diámetro, hacia un
15. baño de coagulación constituido por agua, alcohol y ciclohexanona. - - - - -

20. El haz así obtenido fué recogido por un par de rodillos que tenían una velocidad periférica de 7 m/min. Luego el haz fue lavado con agua hirviendo y estirado aproximadamente al 700% por un segundo par de rodillos que tenían una velocidad periférica de 49 m/min. - - - - -

25. El haz (1) mediante los rodillos 2, 4 y 5 fué sumergido en la tina de teñido 3 que contenía una dispersión acuosa o solución de uno de los colorantes a continuación reseñados. Luego el haz fué recogido y escurrido por el par

340385

25 AB



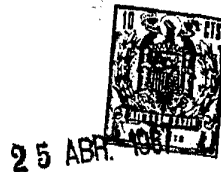
de rodillos 7 y luego sometido a tratamiento térmico haciéndolo pasar alrededor de los rodillos 8 mantenidos a 150°C. -

Subsiguientemente y de modo continuo, el haz era lavado con agua hirviendo, luego acabado y finalmente secado. -

5. Así se obtuvo un haz que tenía un número total de 1.250 deniers, tejido de modo uniforme y profundo, según los tonos peculiares a los siguientes colorantes: - - - - -

Colorante	Tipo	Concentración del colorante en el baño de tinte (% en peso)
Amarillo Artisile 2 GL	Plastosoluble	0,5
Amarillo brillante Artisile 6 - GFL	"	1,5
Rojo FORON FL	"	1
Rojo FORON S- GL	"	1
Escarlata FORON 3-GFL	"	1,5
Rojo Rubí FORON GFL	"	0,5
Violeta FORON 2-RFL	"	1
Azul FORON S-BGL	"	1
Azul Artisile 2RF 2000%	"	1,5
Amarillo pardo Artisile 2-RFL	"	0,5
Pardo Foron 3RL	"	1
Pardo Foron 2BL	"	1
Negro Foron 2BL	"	1
Amarillo claro Acetoquinone 2JZ	"	1

340385



Colorante	Tipo	Concentración del colorante en el baño de tinte (% en peso)
Rosa claro Acetoquinone R L Z	Plastosoluble	1
Azul claro Esteroquinone JL	"	1
Amarillo Astrazon 7 GLL	básico	0,5
Azul Astrazon FGL	"	0,5
Amarillo Neolan BE	metalizado	0,5
Azul Neolan 2G	"	0,4
Azul brillante Eric Anthracene BFF	ácido	0,5
Amarillo sólido Xilene	"	0,3

EJEMPLO 2

5. Un haz de filamentos de cloruro de polivinilo con un alto índice sindiotáctico, obtenido según el ejemplo 1, fué recogido a la salida del baño de coagulación por un par de rodillos que tenían una velocidad periférica de 7 m/min.--

Luego el haz fué lavado con agua hirviendo y estirado aproximadamente al 300% por un segundo par de rodillos que tenían una velocidad periférica de 21 m/min. - - -

10. El haz parcialmente estirado así obtenido fué teñido mediante inmersión en un baño de tinte que contenía cualquiera de los colorantes reseñados en el ejemplo 1, luego se sometió a tratamiento térmico haciéndolo pasar por una



340385

25 ABR 1967

serie de rodillos mantenidos a 160°C. - - - - -

5. El haz teñido así obtenido fué lavado con agua hirviendo, acabado, secado y luego sometido de manera continua a un estirado sucesivo de 200% por medio de un par de rodillos que tenían una velocidad periférica de 42 m/min. - - -

El haz así obtenido tenía un título total de 1.500 deniers y propiedades similares a las del haz obtenido según el ejemplo 1. - - - - -

EJEMPLO 3

10. Un haz de 50 filamentos, obtenido por hilatura en seco de una solución de cloruro de polivinilo, que tenía un índice sindiotáctico elevado, en ciclohexanona, fué arrollado en carretes. Diez de estos carretes se colocaron en una fileta y se desarrollaron a velocidad de 10 m/min por medio de un par de rodillos en los que los diez haces de filamentos se reunieron para formar un haz único de 500 cabos. - - -

15. Este último fué lavado y estirado a aproximadamente 500% por un segundo par de rodillos que giraban a una velocidad periférica de 50 m/min. - - - - -

20. A continuación el haz fué teñido haciéndolo pasar por un baño de tinte que contenía uno de los colorantes reseñados en el ejemplo 1, luego se trató térmicamente a 150°C, se lavó con agua hirviendo y finalmente se secó. - - - - -

25. Se obtuvo así un haz que tenía un número total de 1.250 deniers, teñido de modo uniforme y profundo. - - - - -



340385

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 de teñido de artículos de cloruro de polivinilo, y más particularmente procedimiento para teñir de modo continuo, rápido, uniforme y profundo, fibras y otros cuerpos configurados obtenidos por hilatura en húmedo o en seco de cloruro de polivinilo, con un alto índice sindiotáctico, caracterizado porque comprende las siguientes etapas: a) sumergir las fibras, acabadas de hilar y aún no sometidas a tratamiento de secado, en un baño de tinte que contenga por lo menos un colorante; b) regular de modo adecuado la cantidad de colorante en las fibras; c) someter las fibras coloreadas a un tratamiento térmico a alta temperatura; d) quitar el exceso de colorante. - - - - -

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las fibras, antes de sumergirse en el baño de tinte, son estiradas por lo menos parcialmente. - - - - -

20. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque las fibras, antes de sumergirse en el baño de tinte, son estiradas hasta el valor máximo deseado. - - -

25. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el tratamiento térmico se lleva a cabo a una temperatura superior a 100°C y preferible

340385

25 AB



mente entre 120 y 220°C. -----

5. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones precedentes, caracterizado porque el exceso de
colorante se quita por medio de lavado con agua o soluciones
acuosas calientes de jabón u otro detergente, preferible-
mente a temperatura de ebullición. -----

6.- "PROCEDIMIENTO DE TEÑIDO DE ARTICULOS DE
CLORURO DE POLIVINILO". -----

10. Todo ello conforme se describe y reivindica en
la presente memoria que consta de catorce hojas foliadas y
mecanografiadas por una sola de sus caras y de una lámina
de dibujos que la ilustra.

BARCELONA, 25 ABR. 1967

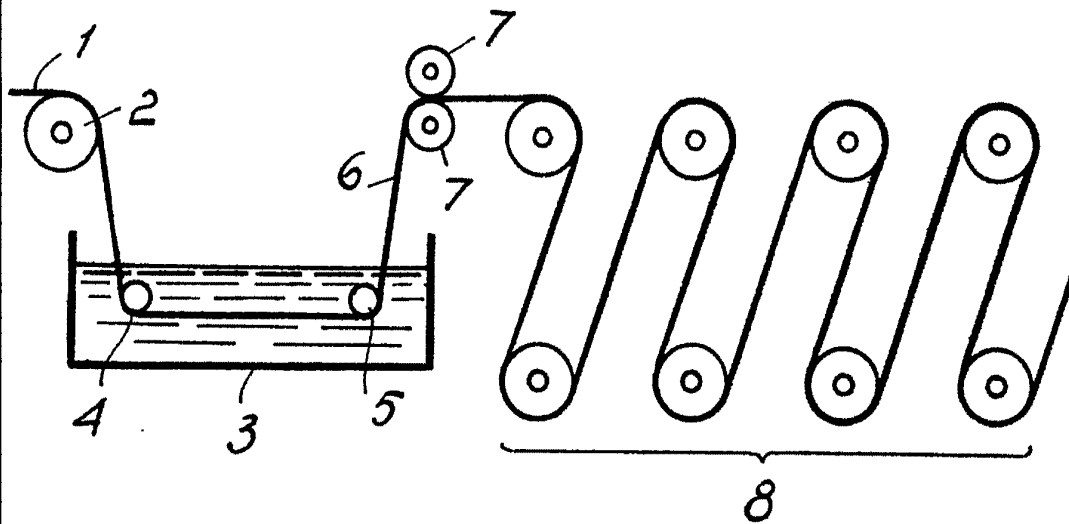
P. A. M. CURELL SUÑOL

Carbonell

Por Poder
Firmado: J. Carbonell

340385

25



BARCELONA, 25 ABR. 1967

S. A. M. CURELL SUÑOL

Clanton

Por Orden
Firmado: Carbonell