



359730

Cas O. 356

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FIBRAS TEXTILES", a favor de la firma italiana MONTECATINI EDISON S.p.A., residente en MILAN (Italia), Foro Buonaparte 31.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la preparación de fibras textiles, así como de películas, tiras, artículos moldeados, etc., a base esencialmente de polímeros olefínicos, particularmente receptivos para los colorantes de las diversas

5. clases. Más especialmente, este invento se refiere a la preparación de fibras textiles tingibles, por extrusión de composiciones de polímeros olefínicos con polímeros nitrogenados básicos de condensación de epíclorohidrina y con un

tercer componente que favorece la mezcla de los polímeros

10. nitrogenados con las poliolefinas.



En una patente anterior, depositada a nombre de la misma peticionaria (patente española nº 255.823), se ha reivindicado la preparación de fibras textiles tingibles a partir de mezclas poliolefinicas que contienen modificadores tintóreos básicos y una tercera sustancia que tiene la función de "agente dispersante sólido" para el modificador en el sistema.

- 5.
- Los aditivos que han de usarse según la patente anterior mencionada son sustancias de peso molecular generalmente inferior a 1000; en particular, en dicha patente se indicaban compuestos alifáticos con alquilos de cadena larga, como alcoholes, ácidos, aminas, ésteres, amidas además, algunos polímeros bajos, como los productos de condensación de óxido de etileno con alcoholes, con aminas y con fenoles, y asimismo la metilendisteamida, el ácido poliacrílico, los copolímeros de poliestireno y estireno, los polímeros terpénicos, etc.
- 10.
- 15.

- 20.
- La patente mencionada antes se referia en particular a mezclas de poliolefinas y poliiminas. Sin embargo, muy recientemente han ido adquiriendo importancia como modificadores tintóreos del polipropileno los policondensados de epiclorohidrina con compuestos amínicos.

La peticionaria, muy sorprendentemente, ha descubierto ahora, y esto constituye el objeto del invento, que



ciertas sustancias de naturaleza polimérica facilitan la mezcla de los polímeros o copolímeros (formadores de fibra) que tienen un contenido prevalente de propileno con los polímeros nitrogenados de condensación de epiclorohidrina.

5. Estas sustancias "dispersantes", caracterizadas por un peso molecular mayor de 1000, pero preferentemente mayor de 5000, se toman del grupo constituido por:
1. Polímeros y copolímeros olefínicos (en particular, polietileno, polímeros propilénicos de peso molecular bajo y, más específicamente, polímeros propilénicos con estereobloques y macromoléculas atácticas, caracterizados por solubilidad en n-heptano, copolímeros de etileno/ácido acrílico/acrilatos, etc.).
  2. Poliamidas (en particular, polilaurillactama, policaprolactama, polihexametilenadipamida y policondensados de ácidos alifáticos dimerizados/polialquilenpoliaminas con un peso molecular entre 2000 y 10.000).
  3. Poliésteres (en particular, metacrilato de poliisobutilo, metacrilato de polimetilo, copolímeros de metacrilato de metilo/metacrilato de butilo, copolímeros de metacrilato de butilo/metacrilato de isobutilo, etc.; sebacato de polietileno, sebacato de polipropileno, adipato de polietileno, etc.).
  4. Poliéteres (en particular, éter polivinilisobutílico y éter poliviniletílico).

5. Resinas epóxicas modificadas (en particular, productos de la reacción de resinas epóxicas a base de epiclorohidrinas y fenoles bivalentes que contienen grupos terminales oxiránicos, con compuestos amínicos).

5. 6. Polímeros vinílicos nitrogenados (en particular, poli-2-vinilpiridina, poli-2-metil-5-vinilpiridina, copolímeros de 2-vinilpiridina/2-metil-5-vinilpiridina, copolímeros de estireno/2-vinilpiridina, etc.).

Todos estos aditivos se usan en proporción entre 0,1 y 15% en peso respecto al peso total de la composición.

10. Los modificadores tintóreos cuya mixibilidad con el polipropileno (o sea con el polímero formador de fibra) mejora por la adición de los aditivos de este invento son más específicamente los polímeros y copolímeros de condensación de epiclorohidrina con compuestos amínicos, en especial los indicados en las patentes italianas Nº 611.258, Nº 643.990, Nº 682.346, Nº 799.544 y Nº 809.045 y en las patentes españolas Nº 333.693, Nº 279.549 y Nº 326.707, todas ellas a favor de la peticionaria. Estos compuestos se hallan presentes en la proporción de 1 a 25% en peso respecto al peso de la composición.

15. La mezcla de los modificadores tintóreos con el polímero, según el invento, se efectúa en general por simple mixturación, agitando, de los aditivos al polímero pulverulento formador de fibra.
- 20.
- 25.



Sin embargo, también es posible efectuar la mezcla por otros métodos, como la mixturación de los polímeros con una solución de los modificadores en un disolvente apropiado, seguida por evaporación del propio disolvente; o también por mixturación de los aditivos al polímero al final de la polimerización.

Este último polímero es un polímero o copolímero con contenido predominante de propileno de peso molecular mayor de 80.000, pero preferentemente comprendido entre 130.000 y 600.000.

Los polímeros de peso molecular mayor son aptos para el uso, pero después de degradación. El polímero formador de fibra preferido es un polipropileno constituido esencialmente por macromoléculas isotácticas; también pueden usarse copolímeros cristalinos ricos en unidades propilénicas combinadas.

El invento, puede sin embargo, aplicarse también a polímeros y copolímeros vinílicos y acrílicos formadores de fibra cuando sus propiedades tintóreas estén modificadas por la adición de cantidades ( de 1% a 25%) de policondensados nitrogenados de epiclorohidrina.

Para la preparación de las fibras textiles, las mezclas se granulan y luego se extruyen en un dispositivo de hilatura en fusión, actuando en ausencia de oxígeno y, preferentemente, bajo atmósfera de gas inerte (por ejemplo,



nitrógeno).

Durante la mezcla del polímero con los policondensados, pueden añadirse a la combinación agentes opacificadores, pigmentos tintóreos, estabilizadores orgánicos o inorgánicos, lubricantes, etc.

5.

Las fibras, después de la hilatura, se someten a un proceso de estiraje con relaciones de estiraje entre 1:2 y 1:10, a temperaturas entre 80 y 150°C, en dispositivos estiradores caldeados con aire caliente, vapor o un fluido semejante o provistos de placa calefactora.

10.

Es por lo tanto posible someter las fibras a un tratamiento de estabilización dimensional, con encogimiento libre o impedido, a temperatura entre 80° y 160°C, según lo que se describe en la patente española Nº 236.606, depositada a nombre de la peticionaria, para fibras poliolefínicas.

15.

Las fibras, antes o después del estiramiento, pueden someterse a un tratamiento químico de acabado con aldehidos, diisocianatos, compuestos monoepóxidos y diepóxidos y otras substancias semejantes, según cuanto se reivindica en las patentes anteriores de la peticionaria.

20.

Los filamentos obtenidos por extrusión de las composiciones preparadas según este invento pueden ser monofilamentos o multifilamentos y se utilizan para preparar hilos contínuos o de hebra o para preparar hilos engrosados o

25.

hebras ongrossadas.



Las composiciones según este invento pueden usarse también para la preparación de películas, tiras, artículos moldeados etc.

5. Las fibras obtenidas según este invento muestran considerable receptividad para los colorantes, y en particular para los colorantes de las clases ácidas, para los colorantes metalizados o para los colorantes plastosolubles.

10. En los detalles de la realización práctica de este invento cabe introducir amplias variaciones y modificaciones sin salirse no obstante del espíritu y el alcance protector de este invento. Los ejemplos que siguen se dan meramente con fines ilustrativos y no limitativos.

EJEMPLO 1

15. Se preparó una composición a base de:
- 9.200 Kg. de polipropileno (índice de fusión = 25,7; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción con heptano = 97,2%)
  - 20. - 0,300 Kg. de policondensado de N,N'-di-ciclohexilhexametilendiamina/epiclorohidrina/piperacina (0,2:1,2:1 moles) con viscosidad inherente = 0,36 (solución clorofórmica al 0,5%, a 25°C)
  - 0,500 Kg. de polietileno de peso molecular 1500 y punto de fusión entre 98 y 100°C.



Se granuló la mezcla en una extrusora, bajo atmósfera de nitrógeno y a 200°C. Luego se transformó el granulado en fibras en las condiciones operativas siguientes:

- hilatura: temperatura del tornillo 220°C
- 5.            temperatura del cabezal 220°C
- temperatura de la hilera 230°C
- La hilera tenía 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y una longitud de 16 mm.
- Presión máxima (kg/cm<sup>2</sup>) 50
- 10.           Velocidad de arrollamiento (metros/minuto) 400
- estiraje: temperatura 130°C
- medio vapor
- relación de estiraje 1:3
- 15.   - acabado químico: antes del estiraje, se puso la fibra en contacto con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol, a la temperatura ambiente, y luego se la calentó a 120°C por 30 minutos.
- 20.           Las fibras mostraron buena receptividad y solidez del color para los colorantes siguientes:
  - amarillo de alizarina 2G (I.C. amarillo mordiente 1)
  - rojo para lana B (I.C. rojo ácido 115)
  - azul de lizarina SE (I.C. azul ácido 43)
- 25.   - amarillo lanasin GLN (I.C. amarillo ácido 112)



= 9 =

- rojo lanasin GL (I.C. rojo ácido 216)
- pardo lanasin 3RL (I.C. pardo ácido 30)
- amarillo latil 4RL (I.C.S. amarillo disperso 23)
- burdeos latil B (I.C.S. violado disperso 26)
- 5. - azul brillante setacil BC (I.C. azul disperso 3).

Las fibras se obtuvieron de manera regular y mostraron secciones transversales uniformes.

#### EJEMPLO 2

Se preparó una mezcla a base de:

- 10. - 9,200 kg de polipropileno (índice de fusión = 25,7; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción con heptano = 97,2%)
- 0,300 kg de policondensado de N,N'-diciclohexilhexametilendiamina/epiclorohidrina/piperacina (0,2:1,2:1 moles), con  $[\eta] = 0,36$
- 15. - 0,500 kg de polilaurinolactama, con  $[\eta] = 0,75$ .

Se granuló esta composición en una extrusora, bajo atmósfera de nitrógeno y a 200°C. El granulado obtenido se transformó luego en fibras en las condiciones operativas siguientes:

- 20. - hilatura: temperatura del tornillo 220°C  
temperatura del cabezal 225°C



= 10 =

- |     |  |        |
|-----|--|--------|
|     | Temperatura de la hilera   | 220°C. |
|     | La hilera tenía 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud  |        |
|     | Presión máxima (kg/cm <sup>2</sup> )   | 41     |
| 5.  | Velocidad de arrollamiento (metros/minuto)   | 400    |
|     | - temperatura de estiraje  | 130°C  |
|     | medio  | vapor  |
|     | relación de estiraje   | 1:3    |
| 10. | - acabado químico: antes del estiraje se puso la fibra en contacto con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol, a la temperatura ambiente, y luego se la calentó a 130°C por 30 minutos. |        |
| 15. | Las fibras mostraron buena receptividad y regular solidez de color para los color ntes reseñados en el Ejemplo 1. Las fibras se obtuvieron de manera regular y mostraron secciones transversales uniformes.    |        |

### EJEMPLO 3

20. Se preparó una composición a base de:
- 9,300 kg de polipropileno (índice de fusión = 25,7; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción con heptano = 97,2%)



- 0,300 kg de policondensado de N,N'-díciclohexilhexametilendiamina/epiclorohidrina/piperacina (0,2:1,2:1 moles), con  $[\eta] = 0,36$
- 0,400 kg de sebacato de polietileno de peso molecular 8000.

5.

Se granuló esta composición en una extrusora, bajo atmósfera de nitrógeno y a 200°C. El producto granulado se transformó luego en fibras en las condiciones operativas siguientes:

- 10. - hilatura: temperatura del tornillo 220°C  
temperatura del cabezal 220°C  
temperatura de la hilera 215°C  
La hilera tenía 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud
- 15. Presión máxima (kg/cm<sup>2</sup>) 45  
Velocidad de arrollamiento (metros/minuto) 400
- estiraje: temperatura 130°C  
medio vapor  
relación de estiraje 1:3
- 20. - acabado químico: antes del estiraje se puso la fibra en contacto con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol, a la temperatura ambiente, y luego se la calentó a 120°C por 30 minutos.
- 25. Las fibras mostraron buena receptividad y regular



solidez de color para los colorantes reseñados en el Ejemplo 1. Se obtuvieron de manera regular y mostraron secciones transversales uniformes.

EJEMPLO 4

5. Se preparó una composición a base de
- 9,300 kg de polipropileno (índice de fusión = 25,7; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción con heptano = 97,2%
  - 0,300 kg de policondensado de N,N'-diciclohexilhexametilendiamina/epiclorohidrina/piperacina (0,2:1,2:1 moles), con  $[\eta] = 0,35$
  - 0,400 kg de éter polivinilisobutílico de peso molecular 32.000.
10. Se granuló esta composición en una extrusora, bajo atmósfera de nitrógeno y a 200°C. El producto granulado se transformó luego en fibras en las condiciones operativas siguientes:
- |             |                          |       |
|-------------|--------------------------|-------|
| - hilatura: | temperatura del tornillo | 220°C |
|             | temperatura del cabezal  | 225°C |
| 20.         | temperatura de la hilera | 215°C |
- La hilera tenía 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud
- |                                      |    |
|--------------------------------------|----|
| Presión máxima (kg/cm <sup>2</sup> ) | 48 |
|--------------------------------------|----|





Se granuló esta composición en una extrusora, bajo atmósfera de nitrógeno y a 200°C. El producto granulado se transformó luego en fibras en las condiciones operativas siguientes:

- |     |  |       |
|-----|--|-------|
| 5.  | - hilatura: temperatura del tornillo   | 220°C |
|     | temperatura del cabezal  | 215°C |
|     | temperatura de la hilera   | 220°C |
|     | La hilera tenía 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud.   |       |
| 10. | Presión máxima (kg/cm <sup>2</sup> )   | 43    |
|     | Velocidad de arrollamiento (metros/minuto)   | 400   |
|     | - estiraje: temperatura  | 130°C |
|     | medio  | vapor |
| 15. | relación de estiraje   | 1:3   |
|     | - acabado químico: antes del estiraje se puso la fibra en contacto con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol, a la temperatura ambiente, y luego se la calentó a 120°C por 30 minutos. |       |
| 20. |  |       |

Las fibras mostraron buena receptividad y regular solidez de color para los colorantes del Ejemplo 1. Se obtuvieron de manera regular y mostraron secciones transversales uniformes.



EJEMPLO 6

Se preparó una composición a base de:

- 9,400 kg de polipropileno (índice de fusión = 25,7; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción con heptano = 97,2%)
- 0,300 kg de policondensado de N,N'-diciclohexilhexametilendiamina/epiclorohidrina/piperacina (0,2:1,2:1 moles) con  $[M] = 0,36$
- 0,300 kg de poli-2-vinilpiridina, con  $[M] = 0,65$  (medido en dimetilformamida a 25°C).

Se granuló esta composición en una extrusora, bajo atmósfera de nitrógeno y a 200°C. El producto granulado se transformó luego en fibras en las condiciones operativas siguientes:

- 15. - hilatura : temperatura del tornillo 220°C  
temperatura del cabezal 220°C  
temperatura de la hilera 225°C  
La hilera tenía 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud
- 20. Presión máxima (kg/cm<sup>2</sup>) 44  
Velocidad de arrolamiento (metros/minuto) 400
- estiraje: temperatura 130°C  
medio vapor



relación de estiraje

1:3

5. - acabado químico: antes del estiraje se puso la fibra en contacto con una solución acuosa al 5% de éter diglicídico de etilenglicol, a la temperatura ambiente, y luego se la calentó a 120°C por 30 minutos.

Las fibras mostraron buena receptividad y regular solidez de color para los colorantes del Ejemplo 1. Se obtuvieron de manera regular y mostraron secciones transversales uniformes.

10.



### REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente italiana

5. nº 22205 A/67 del 31.10.67
1. Un procedimiento para la preparación de fibras textiles, películas, tiras y similares, tingibles en esencia con colorantes ácidos, metalizados o plastosolubles y obtenidas por extrusión de composiciones constituidas por:
10. a) polímeros y copolímeros olefínicos cristalinos, como sustancias formadoras de fibra;
- b) policondensados nitrogenados de epiclorohidrina con aminas, como modificadores tintóreos,
15. caracterizado por añadirse a la composición de a) con b) un tercer componente c) de carácter polimérico, con peso molecular superior a 1000 y tomado del grupo constituido por las poliamidas, los polímeros y copolímeros olefínicos de peso molecular bajo, los poliésteres, los poliéteres, las resinas epóxidas modificadas y los polímeros de vinilpiridinas,
20. tercer componente c) que favorece la mezcla del modificador tintóreo b) al material formador de fibra a).



= 18 =

2. Un procedimiento como se define en la reivindicación 1, caracterizado por usarse, en concepto de polímero olefínico cristalino, polipropileno constituido esencialmente por macromoléculas isotácticas y preparado con catalizadores estereoespecíficos.

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por usarse el tercer componente en proporción de 1% a 15% en peso respecto al total de la composición.

4. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que los policondensados de nitrógeno participan en las composiciones en proporción de 1 a 25% en peso respecto al total de la composición.

5. Un procedimiento para la preparación de fibras textiles.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 18 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 30 OCT 1968

F. E.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ