

P.- 42.855

D 189-E

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>D-01</u>
SUBCLASE <u>F</u>

372097

2 OCT. 1969

Memoria descriptiva



372097

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de UNION CARBIDE CANADA LIMITED

entidad / ~~de nacionalidad~~ canadiense

con domicilio en 123 Eglinton Avenue East, Toronto, Ontario, Canada.

por: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE NYLON QUE TIENE RECEPTIVIDAD MEJORADA PARA LOS TINTES ACIDOS" (Clase Internacional D01f)

27.9.69

- 1 -

POOR
QUALITY

2 OCT. 1969



La presente invención se refiere a filamentos de nylon que tienen aptitud para tinción mejorada. -
Más en particular, se refiere a composiciones de policaproamida mezclada con ciertos compuestos de amina, y a la receptividad mejorada de la policaproamida para tintes ácidos.

Se ha intentado en el pasado preparar una composición de poliamida que contuviese ciertos aditivos para mejorar la receptividad de la poliamida para un tipo de tinte, frente a otro. Por ejemplo, en la patente canadiense 750.461, de E.E. Magat, se expone una fibra de poliamida mezclada con poli(N-vinilamida) y poli(éter alcohilénico), para mejorar la aptitud para tinción. La patente canadiense 790.118, de E.P. Brignac y otros, muestra una fibra de nylon-66 que tiene aptitud mejorada para la tinción, que está mezclada con fenilfosfinato de hexametilendiamonio y toluensulfonamida. Sin embargo, la mezcla de estas mezclas de poliamida, o bien se lleva a cabo más ventajosamente durante la etapa de polimerización, o bien no diferencia entre la receptividad de tintes ácidos y básicos, o bien es más costosa o molesta de preparar.

Se ha descubierto ahora que el nylon, tal como policaproamida o nylon-6, puede ser hecho receptivo para tintes ácidos, y se puede diferenciar entre tintes ácidos y tintes básicos del mismo baño, mezclando y extruyendo el nylon-6 con de 0,5 a 1,0% en peso de ciertos compuestos de amina. Por utilización de compuestos que pueden ser mezclados justamente antes de la extrusión, en vez de mezclarlos realmente antes de que se complete la polimerización, la amina fundida puede ser dosificada en

27.9.69

- 2 - 372097

2 OCT.



la corriente de partículas de nylon-6 justamente delante del extrusor, para variar la aptitud del nylon producido para la tinción. Los aditivos que son mezclados en la - etapa de polimerización requieren una tanda de polimeri-
5 zación independiente, o costosos cambios del procedimien- to, si se emplea un procedimiento continuo para cada tipo de nylon receptivo para tintes.

Por tanto, un objeto de la invención es produ- cir un filamento de poliamida que tenga receptividad per-
10 feccionada para los tintes ácidos.

Otro objeto de la invención es proporcionar un filamento de poliamida capaz de ser teñido diferencialmen- te en una mezcla de tinte ácido y tinte básico.

Estos objetos se obtienen proporcionando un fi- lamento de nylon que comprende policaproamida mezclada
15 con de 0,3 a 1,0% en peso, basado en el peso de dicha po- licaproamida, de un compuesto de amina elegido del grupo que consta de hexametilendiamina, polietilenimina y dime- tilpiperazina.

Estos objetos se obtienen también proporcionan- do un procedimiento que comprende: a) introducir una co- rriente de policaproamida en un extrusor, b) dosificar un compuesto de amina elegida del grupo que consiste en hexa-
20 metilendiamina, polietilenimina y dimetilpiperazina, en dicha corriente, para mantener una concentración sustan- cialmente constante de 0,3 a 1,0% en peso de dicho com-
25 puesto de amina, en dicha corriente, basado en el peso de policaproamida, y c) extruír dicha mezcla.

En la extrusión de la policaproamida y compues- to de amina, se halló que se obtenía buena mezcla, para
30

2 051.19



una receptividad uniforme de tinte, en extrusores que tenían una relación longitud/diámetro igual a 17 o mayor, y un tiempo de permanencia de 5 minutos o más.

5 Los mejores resultados se obtuvieron usando un extrusor que tenía una relación longitud/diámetro igual a 20, y un tiempo de permanencia de 6 minutos.

10 También se halló que el nylon-6 mezclado con menos del 0,3% en peso de compuesto de amina, dió una receptividad de tinte ácido menor que la satisfactoria. Aunque las mezclas con más de 1,0% en peso, y al menos con tanto como 2,0% en peso, continuaron mostrando buena receptividad de tinte ácido, la resistencia de los filamentos se vió afectada adversamente. Aunque el intervalo preferido para el compuesto de amina es de 0,3 a -
15 0,7% en peso, se pueden usar cantidades de hasta 1,0% en peso.

Aunque la adición de compuestos de amina tiene generalmente un efecto perjudicial sobre la resistencia de hilo de los hilos de poliamida, el polietileno, dimetilpiperazina y hexametildiamina expuestos en esta
20 solicitud de patente tienen un efecto relativamente pequeño sobre la resistencia del hilo a bajas concentraciones. Esto permite usarlos dentro del intervalo efectivo de receptividad de tinte ácido. Estos compuestos concretos de amina tienen la ventaja adicional de fundir a baja
25 temperatura (por debajo de 100°C), y por tanto de ser dosificados más fácilmente en la poliamida, antes de la extrusión.

30 La evaluación de gran número de compuestos de amina condujo al descubrimiento de que los tres com-

27.9.69

- 4 - 372097

POOR
QUALITY



puestos de diamina expuestos en esta solicitud tienen -
características deseables de tinción ácida, a las concen-
traciones antes mencionadas, sin afectar seriamente a las
propiedades físicas del nylon-6, tales como su retención
5 de resistencia de hilo cuando es expuesto a radiación -
ultravioleta, o sin afectar seriamente a sus propiedades
de extrusión.

Por ejemplo, una alfombra de pelo hecha con
filamentos de nylon-6 mezclado con los aditivos de la -
10 invención, así como con filamentos no tratados o filamen-
tos tratados con un aditivo que los hace receptivos para
tintes básicos, puede ser insertada en un baño de tinte
que contiene tintes tanto ácidos como básicos. Cada tipo
de filamento se teñira de su propia manera, siendo teñi-
15 dos profundamente por el tinte ácido los filamentos que
contienen un aditivo de la invención.

Los compuestos de amina de la invención se añá
den al nylon-6 por dosificación de una cantidad eficaz en
una corriente de nylon-6, antes de la extrusión. Dado que
20 es esencial obtener buena mezcla de la amina y la polica-
proamida, se debe usar un extrusor de tornillo que tenga
una relación longitud/diámetro al menos igual a 17, y un
tiempo de residencia de al menos 5 min. En la realización
preferida, el extrusor tiene una relación longitud/diámc-
25 tro igual a 20, y un tiempo de permanencia de 6 min. La
policaproamida puede estar en forma de partículas o grá-
nulos, y la amina debe estar en estado fundido, a una tem-
peratura de hasta 400C por encima de su punto de fusión,
para evitar el riesgo de solidificación o de excesiva pre-
30 sión de vapor. Dado que puede haber una pequeña cantidad

2 OCT



de humedad contenida en las partículas de policaproamida, y dado que se puede formar agua por reacción de la amina añadida y la poliamida, es deseable usar un extrusor con puesta a atmósfera. La humedad puede efectuar adversamente a la viscosidad de la mezcla resultante, y alterar la resistencia de estiramiento de los filamentos.

Un método de mezclar el aditivo, que reduce la posibilidad de contaminación por humedad, consiste en extruir policaproamida que contiene de 5 a 30% en peso de un compuesto de amina de esta invención, para formar un concentrado. Este concentrado, que es secado, puede ser mezclado con más policaproamida, para dar la concentración deseada.

Ejemplo 1

Se cargó en un depósito calentado hexametiléndiamina fundida, que fué dosificada, mediante una bomba de precisión, a una corriente de partículas de nylon-6, de viscosidad relativa igual a 2,70, a la entrada de un extrusor. La diamina fué dosificada para proporcionar una concentración sustancialmente constante de 0,7% en peso de diamina, basado en el peso del nylon-6. La corriente de mezcla fué extruída en un extrusor horizontal que tenía una relación longitud/diámetro igual a 17, y que proporcionaba un tiempo de permanencia medio de la mezcla fundida de 5 a 6 min. El nylon-6 extruído fué estirado - subsiguientemente con una relación de estiramiento de 3,5, y rizado.

A partir de estos filamentos se prepararon medias de punto y alfombras de pelo, y fueron comparados con filamentos de nylon-6 sin tratar, en un baño de tinte ácido.

372097

27.9.69

- 6 -

POOR
QUALITY

2 OCT 1969



La tinción se efectuó en una solución acuosa hirviente de pH 7,5, y que contenía 0,5% en peso del colorante conocido como azul ácido 54. Los filamentos fueron mantenidos en el baño de tinción caliente durante 60 min. El filamento de nylon-6 que contenía hexametiléndiamina mostró una tinción más profunda que el filamento de nylon-6 sin compuesto de diamina.

Unas muestras de nylon-6 que contenían diversos tantos por ciento de concentración de hexametiléndiamina fueron teñidas con azul ácido 54. El filamento que contenía la mayor concentración de diamina mostró las características de tinción más profundas. En la siguiente tabla 1 se muestran algunas de las características físicas de estos filamentos.

372097

27.9.69

Tabla 1

Concentración de diamina, % en peso	Temp. de hilado, °C	Tiempo medio de permanencia en el extrusor, min	Viscosidad re-lativa del hilo (en H ₂ SO ₄)	Contenido de grupos amina finales (miliequivalentes/g)
0	274	5	2,75	40
0,47	253	5	2,42	65
0,47	252	6	2,35	75
0,5	243	5	2,35	81
0,7	239	5	2,27	87

1 8 1

372097

213





La resistencia de un filamento de nylon-6 que contiene 0,5% en peso de hexametiléndiamina, tras exposición a una lámpara de xenon, se muestra en la tabla 2, comparada con la resistencia de un filamento de nylon-6 sin diamina.

5

372097

27.9.69

Tabla 2

Concentración de aditivo, % en peso	Tenacidad, g?denier	Alargamiento, %	Retención de resistencia tras 150 horas de exposición a lám-para de xenon
0	4,0	45-50	90%
0,5	3,8	50-60	82%

372097

2061



2 OCT. 1969



Ejemplo 2

Se mezcló polietilénimina en una corriente de partículas de nylon-6, de viscosidad relativa igual a 2,7, a la entrada de un extrusor, según se ha explicado en el ejemplo 1. La polietilénimina fué dosificada de manera que diese una concentración sustancialmente constante de 0,5% en peso, basado en el peso de nylon-6. El extrusor tenía un diámetro interior de 25 mm y una relación longitud/diámetro igual a 20:1. El tiempo medio de permanencia de la mezcla en el extrusor fué 5 min.

Las temperaturas de hilado fueron menores que las usadas para nylon-6 sin tratar, para compensar la pérdida de viscosidad debida a la adición de la polietilénimina. El hilo de filamento fué hilado, estirado a 3,5 veces su longitud original, y tejido a punto para formar longitudes de medias, para evaluar la tinción. Los filamentos fueron puestos en un baño de tinción acuoso hirviente, a pH 7,5, que contenía 0,5% en peso de azul ácido C.I. 54. Los filamentos fueron mantenidos en el baño de tinción - caliente durante 60 min. Los filamentos de nylon-6 que contenían 0,5% en peso de polietilénimina se tiñeron de manera ligeramente más profunda que los filamentos de nylon-6 que contenían 0,5% en peso de hexametildiamina.

Ejemplo 3

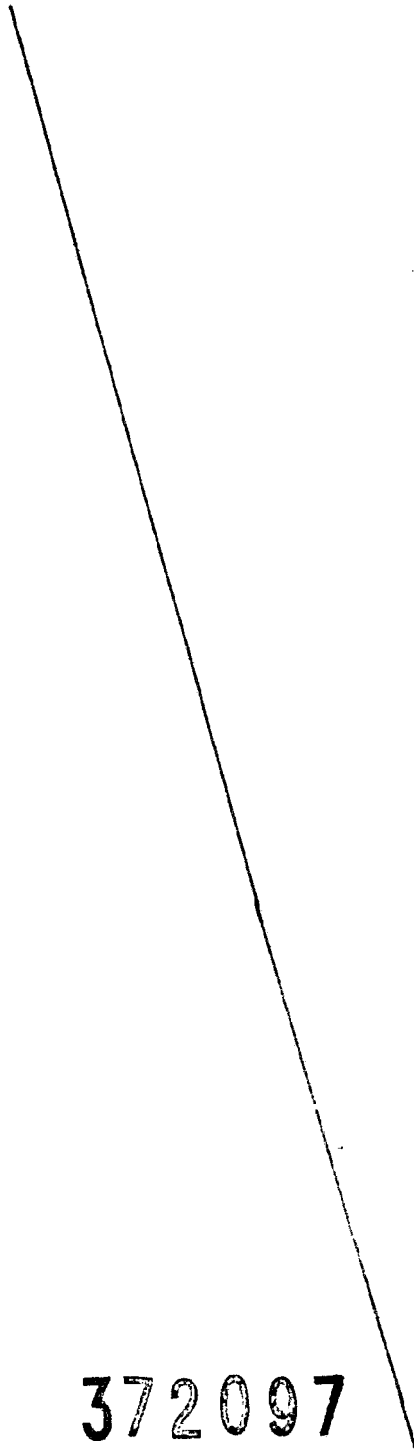
Se prepararon filamentos de nylon-6 de la manera descrita en el ejemplo 2, pero conteniendo esta vez 1,0% en peso de polietilénimina. Los filamentos hilados y estirados fueron puestos en el mismo baño de tinción del ejemplo 2, durante 60 min. El filamento mostró una tinción ligeramente más profunda que la de los que solo contenían

2 OCT. 1969



0,5% en peso de polietilénimina.

En la siguiente tabla se muestran algunas características físicas de los filamentos de los ejemplos 2 y 3.



372097

27.9.69

Tabla 2

Concentración de aditivo, % en peso	Temperatura de hilado, °C	Viscosidad relativa del hilo	Retención de resistencia, 150 horas de exposición a lámpara de xenón
0,5 polietilénimina	246		89%
1,0 "	218	2,27	

372097



2 OCT.



Ejemplo 4

Se prepararon filamentos de nylon-6, de la manera descrita en los ejemplos anteriores, pero esta vez se mezcló dimetilpiperazina sólida en polvo, con partículas de nylon-6, dando una concentración de 0,5% en peso de dinetilpiperazina, basado en el peso de nylon-6.

El filamento hilado y estirado fué mantenido durante 60 min en un baño de azul ácido C.I. 54, tal como el descrito en el ejemplo 2. Este filamento mostró una tinción más profunda que el filamento de nylon-6 sin tratar, pero ligeramente menos que el nylon-6 que contenía 0,5% en peso de hexametildiamina.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Canadá el 9 de Octubre de 1.968, bajo el número 031,999, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre la Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Procedimiento para preparar una composición de nylon que tiene receptividad mejorada para los tintes ácidos, que comprende: a) introducir una corriente de poliamida en un extrusor; b) dosificar un compuesto de amina elegido del grupo que consta de hexametildiamina

27.9.69

- 14 - 372097

POOR
QUALITY

2 OCT.



na, polietilendimina y dimetilpiperazina, en dicha corriente, para mantener una concentración sustancialmente constante, de 0,5 a 1,0% en peso de dicho compuesto de amina en dicha corriente, basado en el peso de policaproamida; y c) extruir dicha mezcla.

5

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, donde dicha poliamida es policaproamida.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, donde dicho extrusor tiene una relación longitud/diámetro de al menos 17, y el tiempo de residencia de la policaproamida y compuesto de amina en el extrusor es al menos 5 min.

10

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, donde dicho compuesto de amina es medido a dicha corriente en estado fundido.

15

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, donde la policaproamida es introducida en forma de corriente de partículas que tiene una viscosidad relativa de 2,6 a 2,9.

20

6.- Procedimiento según la reivindicación 4, donde la policaproamida es introducida en forma de corriente de partículas que tiene una viscosidad relativa de aproximadamente 2,70.

25

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, donde dicho compuesto de amina fundido es hexametilendiamina calentada a una temperatura de hasta 80°C.

8.- Procedimiento según la reivindicación 6, donde dicho compuesto de amina fundido es dimetilpiperazina calentada a una temperatura de hasta 110°C.

30

9.- Procedimiento según las reivindicacio-

27.9.69

372097

POOR
QUALITY

