

Case 0.1028

DOIF 6/28, 6/54



376896

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>B29</u>
SUBCLASE <u>d</u>

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FIBRAS TEXTILES A BASE DE POLIMEROS ALTOS SINTETICOS", a favor de la firma italiana MONTECATINI EDISON S.p.A., residente en MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la preparaci3n de fibras textiles, as3 como pel3culas, tiras, objetos moldeados y similares, a base fundamentalmente de pol3meros olef3nicos, particularmente receptivos para los colorantes de las diversas clases, especialmente para los colorantes plastosolubles (dispersos). M3s particularmente, este invento se refiere a la preparaci3n de fibras textiles tingibles por medio de la extrusi3n de mezclas de copol3meros olef3nicos con pol3meros de :

10. 1) derivados vin3licos o isopropen3licos de hidrocarburo



376896.

ros aromáticos tales como el estireno, los viniltoluenos, el alfa-metil-estireno, etc.;

- 2) nitrilos alfa-beta-insaturados, tales como acrilonitrilo, metacrilonitrilo, etc.;
5. 3) hidrocarburos aromáticos y cicloalifáticos que contienen un enlace doble vinilénico, como el indeno, el acenafileno, el ciclohexeno, etc.

En la patente francesa nº 1.283,526, de Kureha Kasei, se reivindica entre otras cosas el uso de un copolímero de estireno/acrilonitrilo como modificante tintóreo del propileno.

10.

En la patente japonesa nº 1713/65 de la Nitto Spinning, se han reivindicado, como aditivos para fibras poliolefinas tingibles, copolímeros con tres componentes, constituidos por estireno, acrilonitrilo y un tercer monómero vinílico polar (por ejemplo, vinilpiridina, vinilpirrolidona, acrilamida, éster acrílico, etc.). Estos copolímeros tienen, sin embargo, una serie de inconvenientes por su mala compatibilidad con el polipropileno; estos inconvenientes se manifiestan sobre todo por cierta tendencia de estos copolímeros a trasudar hacia la superficie de la fibra, tanto durante el curso de la elaboración de la fibra, como durante la tinción.

15.

20.

La peticionaria ha descubierto ahora sorprendentemente, y esto constituye el objeto del invento, que los copolímeros que contienen, además del estireno (o sus derivados) y el acrilonitrilo (o sus derivados), monómeros no polares (como el indejo, el acenafileno, el ciclohexano, etc.) manifiestan compatibilidad mejorada con las poliolefinas y,

25.

376896



en mezcla con ellas en la proporción de 1 a 20%, pero preferentemente de 2 a 10%, proporcionan fibras que no suscitan los inconvenientes originados por la trasudación del aditivo y que muestran excelente tingibilidad con toda clase de colorantes, en particular con la de los colorantes plastó-solubles.

5.

En calidad de monómeros no polares pueden usarse, según este invento, indeno, mezclas de indeno/cumarona, ace naftileno, ciclohexeno, ciclopenteno, alfa-pineno, norborneno, etc.

10.

Según este invento, se usan las poliolefinas constituidas esencialmente por macromoléculas isotácticas obtenidas por polimerización a presión baja con catalizadores estereoespecíficas.

15.

En calidad de poliolefina cristalina se usa con preferencia el polipropileno constituido fundamentalmente por macromoléculas isotácticas obtenidas por polimerización estereoespecífica del propileno.

20.

En general, para la aplicación según este invento son aptas las poliolefinas cristalinas obtenidas de monómeros de la fórmula $R-CH=CH_2$ (donde R es un grupo alquílico o arílico o un átomo de hidrógeno), como el polietileno, polipropileno, polibuteno-1, polipenteno-1-, polihexeno-1, poli-4-metilpenteno-1-, poliocteno-1, poliestireno, etc.

25.

La mezcla de los copolímeros con el polímero olefínico, según este invento, se efectúa generalmente por simple mixturación de ambos materiales en forma de polvos.

Sin embargo, también es posible efectuar la adi-

376896



ción por otros métodos, como mixturación del polímero olefínico con una solución del copolímero en un disolvente apropiado, seguida por evaporación del disolvente, o, en otro caso, añadiendo el copolímero olefínico durante la polimerización o al final de ella.

5.

Para la preparación de hilos (filamentos), se granulan las mezclas y luego se extruyen en equipo apto para la hilatura en fusión, actuando en ausencia de oxígeno, preferentemente en atmósfera de gases inertes (nitrógeno). Durante la mixturación, pueden mezclarse también a los polímeros agentes opacificantes, pigmentos, colorantes orgánicos o inorgánicos, estabilizadores, lubricantes, agentes dispersantes, etc.

10.

Después de la hilatura, los filamentos pueden someterse a estiramiento con relaciones de estiraje comprendidas entre 1:2 y 1:20, a temperatura de 80 a 150°C, en dispositivos estirados caldeados con aire caliente, vapor u otro fluido o provistos de placa calefactora, o pueden someterse a una fuerte orientación después de la extrusión, según cuanto se ha descrito en patentes anteriores a nombre también de la peticionaria.

15.

20.

Es posible someter estos filamentos o hilos a estabilización de las dimensiones con encogimiento libre o impedido, a temperatura de 80° a 160°C, según cuanto se ha descrito en las patentes italianas nº 566,914 y nº 588.318, a favor de la peticionaria, respecto a los hilos poliolefínicos.

25.

La hilatura puede efectuarse utilizando las hileras convencionales, preferentemente hileras con agujeros de

376896



diámetro superior a 0,5 mm y relación de longitud/diámetro superior a 1,1, pero preferentemente de 10 a 30. Los agujeros de las hileras pueden tener sección transversal de perfil circular o de perfil no circular.

5. Las composiciones tingibles según este invento pueden, por otro lado, constituir la parte interna o el revestimiento externo de una fibra conjugada (de dos componentes).

10. Los hilos que se obtienen por extrusión de las mezclas según este invento pueden ser monofilamentos o plurifilamentos y se usan para la preparación de hilo continuo o flocos para la preparación de hilos engrosados y fibras engrosadas y para la preparación de estructuras no tejidas ("spun-bonded" y "non-wovens" en general).

15. Además de la preparación de hilos, las composiciones según este invento pueden usarse también para la preparación de películas, cintas y objetos moldeados o productos similares.

20. Las fibras obtenidas según este invento manifiestan considerable receptividad para los colorantes, en particular para los colorantes plastisolubles (dispersos), y las fibras tejidas con éstos están dotadas de excelente solidez a la luz y resistencia al lavado y al frote.

25. En la realización práctica de este invento cabe aplicar muchas y amplias variaciones a los detalles sin por ello salirse del espíritu ni del alcance del invento.

A continuación se expone una serie de ejemplos para ilustrar todavía más el invento, pero sin limitarlo.

EJEMPLO 1.-



376896

Se preparó un terpolímero de estireno/acrilonitrilo/indeno utilizando las siguientes cantidades en peso :

5.	Estireno	250 g
	Acrilonitrilo	125 g
	Indeno	125 g
	Agua	800 cc
	Sulfato sódico de laurilo	10 g.
	Na ₂ S ₂ O ₈	2 g
	NaHSO ₃	1 g

10. Luego se calentó esta mezcla a 80° por 2 horas, con agitación constante, y se le añadieron todavía 2 g de Na₂S₂O₈ y 1 g de NaHSO₃. A continuación se prosiguió el calentamiento a 80°C por 4 horas más. El terpolímero así obtenido se precipitó con CaCl₂, se filtró, se lavó y se secó.

15. 400 g del terpolímero obtenido, que tenía $[\eta] = 0,40$ (medida a 25°C en una solución clorofórmica al 0,5%), se mezclaron con 9600 g de polipropileno (índice de fusión = 25,2; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción heptánica = 97,2 %). Se extruyó esta mezcla a 220°C y el granulado re-

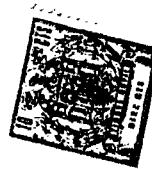
20. sultante se transformó en fibras en las condiciones siguientes:

Hilatura

25.	Temperatura del tornillo extrusor	230°C
	Temperatura del cabezal de extrusión	235°C
	Temperatura de la hilera	235°C

La hilera tenía 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro cada uno y 16 mm de longitud capilar:

Presión máxima	50 kg/cm ²
Velocidad de arrollamiento	400 m/minuto



376896

Estiramiento:

Temperatura (en ambiente de vapor)	130°C
Relación de estiramiento	1 : 5.

Las fibras así obtenidas mostraron buena receptivi-

5. dad para los colorantes dispersos siguientes :
- | | |
|---------------------------------------|----------------------|
| 1) Amarillo Latyl 4RL | Supplement C.I. Dis- |
| | perse Yellow 23 |
| 2) Amarillo Terasetile 5RL | Supplement C.I. Dis- |
| | perse Yellow 7 |
| 10. 3) Anaranjado Foron GFL | Supplement C.I. Dis- |
| | perse Orange 20 |
| 4) Rosa brillante Terasil FG | Supplement C.I. Dis- |
| | perse Red 55 |
| 5) Burdeos Latyl B | Supplement C.I. Dis- |
| | perse Violet 26 |
| 15. 6) Azul brillante Setacyl BC | C.I. Disperse Blue 3 |

Las fibras teñidas mostraron buena solidez a la luz y resistencia al lavado y al frote.

EJEMPLO 2.-

20. Se preparó un terpolímero de estireno/acrilonitrilo/indeno como en el Ejemplo 1, a partir de la composición siguiente de monómeros :

estireno	350 g
acrilonitrilo	75 g
25. indeno	75 g

300 g de este copolímero, que tenía $[\eta] = 0,55$, se mezclaron con 4700 g de polipropileno (índice de fusión = 25,2; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción heptánica = 97,2%).



376896

Se extruyó luego esta mezcla a 220°C y el granulado resultante se transformó en fibras en las condiciones siguientes :

Hilatura

5.	Temperatura del tornillo extrusor	235° C
	Temperatura del cabezal extrusor	240° C
	Temperatura de la hilera	240° C
	Hilera	60 agujeros (0,8/16 mm)
	Presión máxima	51 kg/cm ²
10.	Velocidad de arrollamiento	400 m/minuto

Estiramiento

	Temperatura (en ambiente de vapor)	130°C
	Relación de estiramiento	1 : 5

Las fibras obtenidas mostraron buena receptividad para los colorantes dispersos como los citados en el Ejemplo 1. Las fibras teñidas resultaron sólidas a la luz y resistentes al lavado y al frote.

EJEMPLO 3.-

Se preparó un terpolímero de estireno/acrilonitrilo/acenaftileno utilizando el procedimiento que se ha descrito en el Ejemplo 1. La proporción porcentual en peso de los monómeros utilizados fué la siguiente:

estireno: 50 / acrilonitrilo: 25 / acenaftileno : 25.

La copolimerización se efectuó en presencia de laurilmercaptano (0,5 % respecto al total de los monómeros).

500 g del copolímero así obtenido, que tenía $[\eta] = 0,54$, se mezclaron con 9500 g de polipropileno (índice de fusión = 25,2; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción heptánica = 97,2%).

376896



Luego se extruyó esta mezcla a 210°C y se la transformó en un granulado, que se utilizó para preparar fibras actuando en las condiciones siguientes:

Hilatura:

- 5. Temperatura del tornillo extrusor 230°C
- Temperatura del cabezal extrusor 235°C
- Temperatura de la hilera 235°C
- Hilera 60 agujeros (0,8/16 mm)

Estiramiento:

- 10. Temperatura (en atmósfera de vapor) 130°C
- Relación de estiramiento 1 : 5

Las fibras así obtenidas mostraron buena receptividad para los colorantes dispersos citados en el Ejemplo 1. Las fibras teñidas resultaron sólidas a la luz y resistentes al lavado y al frote.

15.

EJEMPLO 4.-

Se preparó un terpolímero de estireno/acrilonitrilo/acenaftileno utilizando el procedimiento que se ha descrito en el Ejemplo 1. La relación porcentual en peso de los monómeros fué la siguiente :

20:

estireno: 70 /acrilonitrilo:22 /acenaftileno:8.

La copolimerización se efectuó en presencia de 0,5% de laurilmercaptano respecto al total de monómeros.

25.

500 g del copolímero así obtenido, que tenía $[\eta] = 0,95$, se mezclaron con 9500 g de polipropileno (índice de fusión = 25,2; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción heptánica = 97,2 %).

Se extruyó esta mezcla a 220°C y luego se la transformó en granulado. Este granulado se utilizó para preparar

376896



fibras actuando en las condiciones siguientes de hilatura:

Hilatura:

	Temperatura del tornillo extrusor	230° C
	Temperatura del cabezal extrusor	235° C
5.	Temperatura de la hilera	235° C
	Hilera :	60 agujeros(0,8/16 mm)

Estiramiento:

	Temperatura (en atmósfera de vapor)	130° C
	Relación de estiramiento	1 : 5

10. Las fibras obtenidas mostraron buena receptividad a los colorantes dispersos citados en el Ejemplo 1. Las fibras teñidas resultaron sólidas a la luz y resistentes al lavado y al frote.

EJEMPLO 5.-

15. Se preparó un terpolímero de estireno/acrilonitrilo/ciclohexano actuando en las condiciones siguientes :

	Estireno	250 g
	Acrilonitrilo	125 g
	Ciclohexeno	125 g
20.	Agua	1000 cc
	Sulfato sódico de laurilo	10 g
	Na ₂ S ₂ O ₈	2 g
	NaHSO ₃	1 g

25. Se calentó esta mezcla a 80°C por 2 horas y con agitación. Luego se añadieron todavía 2 g de Na₂S₂O₈ y 1 g de NaHSO₃ y se prosiguió el calentamiento por otras dos horas. A continuación se añadieron 2 g más de Na₂S₂O₈ y 1 g de NaHSO₃ y se continuó calentando por 2 horas todavía. El terpolímero así obtenido se precipitó con CaCl₂, se filtró,



376896

se lavó y por último se secó.

500 g del terpolímero obtenido, que tenía $[\eta] = 0,75$, se mezclaron con 9500 g de polipropileno (índice de fusión = 25,2; cenizas = 0,006%; residuo de la extracción heptánica = 97,2%).

La mezcla obtenida se extruyó a 220°C. y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones de hilatura siguientes :

Hilatura:

- 10. Temperatura del tornillo extrusor 230° C
- Temperatura del cabezal extrusor 240° C
- Temperatura de la hilera 235° C
- Hilera : (60 agujeros, de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud capilar)
- 15. Presión máxima 50 kg/cm²
- Velocidad de arrollamiento 400 m/min.

Estiramiento:

- Temperatura (en atmósfera de vapor) 130° C
- Relación de estiramiento 1 : 5

20. Las fibras obtenidas mostraron buena receptividad a los colorantes dispersos citados en el Ejemplo 1.

Las fibras tejidas resultaron sólidas a la luz y resistentes al lavado y al frote.

REIVINDICACIONES

25. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente italiana nº 13333 A/69 del 26 de febrero de 1969.

1.- Procedimiento para la preparación de fibras



textiles a base de polímeros altos sintéticos, caracterizado por mezclarse una poliolefina cristalina con 1 a 20% de copolímeros de a) derivados vinílicos o isopropenílicos de hidrocarburos aromáticos; b) nitrilos alfa,beta-insaturados; y c) hidrocarburos aromáticos o cicloalifáticos que contienen un enlace doble vinilénico; por hilarse luego dicha mezcla en fusión, estirarse los filamentos resultantes y estabilizarse éstos mediante calor.

5. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado en que los copolímeros contienen unidades monoméricas de derivados vinílicos o isopropenílicos de hidrocarburos aromáticos, elegidos de un grupo que comprende estireno, viniltoluenos, alfa-metilestireno o similares.

10. 3.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado en que los copolímeros contienen unidades monoméricas de nitrilos alfa-beta-insaturados, elegidos entre acrilonitrilo, metacrilonitrilo y similares.

15. 4.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado en que los copolímeros contienen unidades monoméricas de hidrocarburos aromáticos o cicloalifáticos, que contiene un doble enlace vinilénico, elegido entre indeno, acenaftileno, mezclas de indeno/cumaronas, ciclohexeno, ciclopenteno, alfa-pineno, norborneno y similares.

20. 5.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado en que las poliolefinas cristalinas están representadas por polietileno, polipropileno, que consta esencialmente de macromoléculas isotácticas, copolímeros de propileno/etileno.

25. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1 a



376896

5, caracterizado por efectuarse la hilatura en ausencia de oxígeno.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado en que la relación de estiramiento está comprendida entre 2 y 20, mientras que la temperatura de estiramiento está comprendida entre 80 y 150°C.

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 7, caracterizado por someterse las fibras estiradas a tratamiento térmico para estabilización de las dimensiones, con encogimiento libre o impedido, a temperatura comprendida entre 80 y 160°C.

9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por teñirse las fibras con colorantes dispersos.

10.- Procedimiento para la preparación de fibras textiles a base de polímeros altos sintéticos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 13 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 de febrero de 1970.

p.a.

JAIMESERN

MA

Firmado: JOSE F. NIZO

MLA.