

CASE 3-8066-68+



412601

+12601

6085

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

F. C. 29-10-75

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR GRANULADOS TEÑIDOS A BASE DE POLIAMIDAS LINEALES O POLIESTERES LINEALES", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Un método que se describe con frecuencia en la literatura de patentes para trñir en la masa las poliamidas lineales y los poliésteres lineales es el llamado procedimiento de espolvoreo o rebozamiento. Consiste en
5. espolvorear (rebozar) granulados de dichas materias sintéticas con un polvo de colorante o de pigmento, transformar en una fusión los granulados rebozados y moldear la fusión en artículos, como fibras, hojas o bandas. Sin embargo, este procedimiento adolece de grandes inconvenientes, sobre todo cuando se realiza en gran escala in-
 - 10.

412601



dustrial, en cuyo caso los granulados se transportan neumáticamente, con lo cual se aventaja una gran parte del colorante, cosa que produce no sólo grandes pérdidas de éste, sino también un rápido atascamiento de los filtros.

5. Para eliminar este inconveniente se ha intentado también fijar el colorante a los granulados por medio de un aglutinante; pero así se aporta una materia extraña a la poliamida o al poliéster, lo cual puede repercutir desventajosamente en las propiedades mecánicas del material teñido, especialmente cuando se trata de fibras.
- 10.

Ahora se ha descubierto que se llega de manera sencilla a granulados de poliamidas lineales o poliésteres lineales, impregnados con colorantes o aditivos en polvo pero que no desprenden polvillo, si se mezclan íntimamente

15. los granulados a temperaturas entre 30 y 200°C, en una mezcladora giratoria rápida, con colorantes o aditivos que fundan por encima de 100°C, hasta que los colorantes o respectivamente los aditivos estén fijados a los granulados o disueltos en ellos, y, si es preciso, se deja enfriar la
20. mezcla.

En calidad de poliamidas lineales que entran en cuenta para este procedimiento cabe señalar las poliamidas de épsilon-caprolactama (PA 6), de undecanolactama (PA 11), de hexametildiamina y de ácido adípico (PA 6,6) o de hexametildiamina y ácido sebácico (PA 6,10). En calidad de poliésteres lineales se emplean preferentemente los tereftalatos de polialquileno, como los que se obtienen mediante policondensación de ácido tereftálico o los ésteres de éste que contienen un alquilenglicol de 2

25.

412601



a 10 átomos de carbono, pero en particular el tereftalato de polietileno.

Por granulados se entienden las partículas poliméricas que se preparan cortando, fragmentando o desmenuzando por métodos semejantes poliamidas o poliésteros extruídos o calandrados.

- 5.
- Para la elección de los colorantes se dispone de un surtido relativamente amplio. Se cuenta con los pigmentos, tanto solubles en el sustrato como insolubles en él, mientras se dejen dividir con finura suficiente. En calidad de pigmentos entran en consideración tanto los inorgánicos como los orgánicos; por ejemplo, los sulfuros de cadmio, los óxidos de hierro y de cromo, los ultramarinos, los pigmentos de cobalto, el hollín, el dióxido de titanio, las ftalocianinas, las quinacrononas, la 2,4-di-(2'-hidroxinaftil)-6-pironil-1,3,5-triacina y asimismo diversos colorantes de tina, como las diimidazoles de ácido perilontetracarboxílico o los antrimidocarbazoles.
- 10.
- En concepto de colorantes solubles en el sustrato cabe citar a título de ejemplos ciertos complejos metálicos de colorantes azoicos, en particular complejos crómicos 1:2 de colorantes monoazoicos insolubles en agua, lo mismo que colorantes de dispersión de la serie azoica o en particular de la serie antraquinónica, como las alquil-, cicloalquil- o aril-aminoantraquinonas, las fenilmercaptoantraquinonas o las antraquinonacridonas.
- 15.
- 20.
- 25.

Se emplean convenientemente alrededor de 0,1 a 5 partes de colorante por 100 partes de granulado.

En lugar de los colorantes puros pueden em-

412601

13



- plearse también preparados, o sea compuestos de peso molecular mediano o alto que resistan las temperaturas de elaboración de las poliamidas y los poliésteros y que contengan el colorante en distribución fina; por ejemplo, ésteres de ácido abiotínico, sales alcalinotérricas de ácidos grasos superiores (por ejemplo, behenato de magnesio), copolimerizado de cloruro de vinilo/acetato de vinilo o resinas politerpénicas. Estos preparados contienen convenientemente alrededor de 30 a 60% de colorante.
- 5.
10. En concepto de aditivos cabe señalar, por ejemplo, los aclaradores ópticos, tanto solubles en el substrato como insolubles en él, o los estabilizadores.
- También pueden emplearse mezclas de diversos colorantes o mezclas de colorantes con aditivos.
15. Para la mixturación de los granulados con los colorantes o los aditivos pueden emplearse diversas mezcladoras de gran intensidad, o también un dispositivo mezclador de árbol giratorio que tenga palas u otros elementos mezcladores en disposición transversal. Ejemplos
20. de un dispositivo mezclador apropiado son las mezcladoras puestas en el mercado por la firma Papenmeier, de Detmold, con la designación de mezcladora Papenmeier, y la de la firma Rheinstahl Maschinenbau, de Kassel, que se expende con el nombre de Henschel-Fluid-Mischer.
25. La gama más favorable de revoluciones se halla entre 300 y 3000 vueltas por minuto, lo cual corresponde, según el aparato, a velocidades periféricas de 4 a 35 m/segundo, Es conveniente iniciar la operación de mezcla en la zona inferior de la gama de revoluciones, o sea a unas 300

41260113



- vueltas por minuto, y aumentar el número de revoluciones en un período de unos 30 segundos a 30 minutos hasta la velocidad final, que se halla entre 1800 y 2600 vueltas por minuto. Estas velocidades tan altas se mantienen
5. en la mayor parte del tiempo necesario para el teñido; se supone que al rebotar los granulados en las palas de la mezcladora se originan localmente temperaturas tan altas que se produce una plastificación de la superficie, lo cual posibilita la buena fijación o disolución de las
10. partículas de colorante.

- Según el tipo de colorante o aditivo empleado y la intensidad de la mixturación, ésta puede durar aproximadamente de 1/2 minuto a 60 minutos, y preferentemente de 3 a 20 minutos, hasta que se logre la fijación
15. del colorante.

- Los granulados resultantes se distinguen por buena resistencia al frote. Se los puede moldear de la manera ordinaria para formar fibras, hojas o bandas o bien artículos de fundición inyectada. Se obtienen tin-
20. ciones homogéneas.

- Los granulados obtenidos según este invento tienen sobre los granulados teñidos por el método normal de mixturación en seco (dry-tumbling) la ventaja de que la adhesión de las partículas de colorante es muchas veces mayor y de que así pueden evitarse pérdidas durante
25. el transporte (por ejemplo, en el transporte neumático). Esto significa una mejora capital en el aprovechamiento de la substancia.

Por otra parte, los granulados obtenidos

412601



- según este invento tienen la ventaja de que los artículos teñidos en la masa que de ellos resultan (por ejemplo, hilos) presentan, a igual cantidad de colorante, mejor finura en la distribución de éste y en consecuencia mayor intensidad de colorido. En el caso de los productos solubles en los polímeros puede comprobarse una mejora de la solubilidad; es decir, a igualdad del tamaño granular del producto inicial, igualdad del tiempo de disolución e igualdad de temperatura, la proporción de partículas no disueltas en los productos que se han preparado a partir de granulados teñidos según este invento es menor, por ejemplo, que en los hilos teñidos en la masa que se fabrican a partir de granulados teñidos por el método Dry-tumbling.
- 5.
- 10.
15. Ejemplo 1
- En una mezcladora intensiva (sistema Papenmoier) cuya calefacción poriférica (vapor, 1,5 atmósferas absolutas) se ha mantenido encendida por 3 minutos antes de la carga, se depositan un poliéster lineal corriente en el comercio (teroftalato de polietileno), en forma granular (sección transversal rectangular de 4 mm x 5 mm x 2 mm aproximadamente). Se añade luego al granulado (7 kg) 1% de di-(p-metoxifenilimida) de ácido fenilontetracarboxílico, se cierra la mezcladora y se pone en marcha la mixturación. Esta transcurre de la manera siguiente: 2 minutos de mezcla con 600 rpm, luego 2 minutos con 1200 rpm y a continuación con 180 rpm hasta que ya no se advierte formación de polvillo dentro de la mezcladora. El tiempo necesario para fijar el pigmento al granulado es de 12 minu-
- 20.
- 25.

412601



5. tos; la temperatura inicial, de 30°C, y la temperatura final de fijación, de 124°C. Al final de la fijación se interrumpe la calefacción de la mezcladora y se conecta la refrigeración (agua). Luego, con la refrigeración en marcha, se agita con 600 rpm el granulado cargado hasta que la temperatura de éste sobrepasa el límite de 50°C. Duración: 18 minutos.

10. El producto final de esta operación de mezcla es un granulado revestido del pigmento que se ha introducido, granulado que tiene el pigmento fijado en la superficie de tal modo que el desprendimiento sólo se logra con empleo de mucha fuerza.

15. Este granulado revestido de pigmento puede emplearse sin dificultades, por ejemplo para la preparación de hilos sin fin teñidos en la masa, en cuyo caso la distribución del pigmento de los hilos hilados, por ejemplo, en una instalación de hilatura en fusión Inventa es mejor que la de los hilos cuyo granulado de partida se ha teñido por el procedimiento llamado de espolvoreo o "dry-tumbling".

20. Las propiedades textiles de los hilos mencionados antes muestran índices normales. Esto indica que durante la operación de mezcla no se produce detrimento del polímero ni del cuerpo colorante.

25. Ejemplo 2

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1. Discrepando de él, se modifica la actuación de la mezcladora de la manera siguiente: Después de cargar el granulado, se conecta la calefacción de la mezcladora (calefac-

412601



13712

- ción periférica; vapor, 1,5 atmósferas absolutas) y se calienta el granulado hasta que alcanza la temperatura de $80 \pm 5^{\circ}\text{C}$. Durante este proceso de calentamiento, se agita el granulado durante 10 segundos a 600 rpm, en intervalos de 50 segundos cada uno. Alcanzada la temperatura de 80°C , al cabo de unos 15 a 20 minutos (el tiempo depende de la forma del granulado - densidad a granol -) se efectúa la operación de mezcla procediendo de manera análoga a la del Ejemplo 1, y lo mismo la operación de refrigeración. Las cotas de procedimiento alcanzadas en la operación de mezcla son: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 11 minutos; tiempo de refrigeración, 18 minutos; temperatura inicial 80°C ; temperatura final de fijación, 186°C .
15. Por lo que atañe a las propiedades del granulado teñido por este método, lo mismo que a las de los hilos teñidos en la masa que de él se obtienen, valen las mismas indicaciones que en el Ejemplo 1.

Ejemplo 3

20. Se repite el procedimiento del Ejemplo 2. Pero discrepando de él se utiliza como pigmento la hexadecaclorocuproftalocianina. Las cotas alcanzadas en este proceso son: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 8 minutos; tiempo de refrigeración, 19 minutos; temperatura inicial, 80°C , temperatura final de fijación, 168°C .

25. Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos, valen las mismas indicaciones que en el Ejemplo 1.

412601¹³



Ejemplo 4

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1.

Discrepando de él, en lugar de un pigmento se utiliza la 2,6-di-(2'-hidroxinaftil)-4-pirenil-1,3,5-triacina, soluble en el poliéster. Los datos de proceso obtenidos son: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 15 minutos; tiempo de refrigeración, 11 minutos; temperatura inicial, 30°C; temperatura final de fijación, 135°C.

El granulado muestra, además de la fijación de las partículas de colorante que se ha descrito en el Ejemplo 1, una disolución parcial, en las capas externas de los granos del granulado, del colorante aplicado. En los hilos de poliéster teñidos en la masa que se preparan a partir de este granulado, el colorante está prácticamente disuelto. Por lo demás, valen las mismas indicaciones que se han hecho en el Ejemplo 1.

Ejemplo 5

Se repite el procedimiento del Ejemplo 4.

Pero discrepando de él, en lugar del procedimiento de mezcla del Ejemplo 1 se emplea el procedimiento de mezcla del Ejemplo 2. Datos del proceso: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 8 minutos; tiempo de refrigeración, 19 minutos; temperatura inicial, 80°C; temperatura final de fijación, 149°C.

Para las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos vale lo que se ha dicho en el Ejemplo 3.

Ejemplo 6

Se repite el procedimiento del Ejemplo 5.

412601



Pero discrepando de él, se emplea para revestir el granulado 2,5% (= 175 g) del colorante de tina, ampliamente soluble en el poliéster, que se obtiene por fusión con azufre de aminomotilbenzoantrona. Datos del proceso: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 6 minutos, tiempo de refrigeración, 16 minutos; temperatura inicial, 79°C; temperatura final de fijación, 170°C.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos, valen las mismas comprobaciones que en el Ejemplo 3.

Ejemplo 7

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1. Discrepando de él, se emplea un preparado pigmentario constituido en el 50% por beta-cuproftalocianina y en el 50% por behonato de magnesio. Datos del proceso: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 9 minutos; tiempo de refrigeración, 35 minutos; temperatura inicial, 81°C; temperatura final de fijación, 136°C.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración, y de los hilos valen las mismas comprobaciones que en el Ejemplo 1.

Ejemplo 8

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1. Discrepando de él, se utiliza un preparado pigmentario constituido en una tercera parte por el éster glicerínico de la colofonia hidrogenada y en dos terceras partes por hollín. Datos del proceso: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 12 minutos; tiempo de refrigeración, 13 minutos; temperatura inicial; 25°C; temperatura final

41260 1,3



de fijación, 110°C.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos, valen las mismas afirmaciones que en el Ejemplo 1.

5.

Ejemplo 9

Se repite el procedimiento del Ejemplo 8. Discrepando de él, se carga el granulado a la temperatura del ambiente, sin utilizar para el calentamiento previo la calefacción periférica. Datos del proceso: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 13 minutos; tiempo de refrigeración, 14 minutos; temperatura inicial, 20°C; temperatura final de fijación, 112°C.

10.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos valen las mismas afirmaciones que en el Ejemplo 1.

15.

Ejemplo 10

Se repite el procedimiento según el Ejemplo 1. Discrepando de él, se emplea como pigmento la botacuproftalocianina y se modifica la actuación de la mezcladora Paponmeier de la manera siguiente: carga del granulado y el pigmento en la mezcladora no caldada; cierre de la mezcladora y puesta en marcha de la mixturación; 30 segundos de mixturación con 600 rpm, luego se hace marchar la mezcladora durante 30 segundos a 2600 rpm y se mantiene este número de revoluciones hasta que ya no se advierte formación de polvillo en la mezcladora. El tiempo de mezcla (= tiempo de fijación) es de 3 minutos. La temperatura inicial, de 24°C, y la temperatura final de fijación, de 45°C.

20.

25.

412601,3



Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos valen las comprobaciones que se han hecho en el Ejemplo 1.

Ejemplo 11

5. Se repite el procedimiento según el Ejemplo 10. Discrepando de él, en lugar de un pigmento se utiliza la 2,6-di-(2'-hidroxinaftil)-4-pironil-1,3,5-tricina (1%), soluble en el substrato. Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 2 1/2 minutos; temperatura inicial, 21°C; temperatura final de fijación, 42°C.

10.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos valen las comprobaciones que se han hecho en el Ejemplo 2.

Ejemplo 12

15. Se repite el procedimiento del Ejemplo 10. Discrepando de él, se utiliza 2,5% de aminodibenzoantrona. Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 8 minutos; temperatura inicial, 30°C; temperatura final de fijación, 112°C. Discrepando del Ejemplo 10,
20. al final de la fijación se conecta la refrigeración de agua de la mezcladora y se enfría el granulado revestido, con agitación (600 rpm), hasta alcanzar una temperatura de 50°C. Duración de la refrigeración: 14 minutos.

25. Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos, valen las mismas comprobaciones que en el Ejemplo 4.

Ejemplo 13

Se repite el procedimiento del Ejemplo 12. Discrepando de él, se utiliza como cuerpo colorante 3%

412601

13



- de una preparación pigmentaria constituida en una tercera parte por hollín y en dos terceras partes por el éster glicerínico de la colofonia hidrogenada. Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 3 minutos; tiempo de refrigeración, 7 minutos. Temperatura inicial, 26°C. Temperatura final de fijación, 65°C.
- 5.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos valen las mismas comprobaciones que se han hecho en el Ejemplo 1.

10.

Ejemplo 14

Se repite el procedimiento del Ejemplo 11. Discrepando de él, se aumenta la pesada de sustrato de 7 kg a 70 kg. Dado que para este ensayo se empleó una mezcladora mayor (150 litros de volumen), las velocidades

15.

al mezclar se cambiaron de la manera siguiente: puesta en marcha, 30 segundos con 480 rpm; luego elevación hasta 960 rpm y mantenimiento de este número de revoluciones hasta el final de la fijación. Las velocidades periféricas así conseguidas se hallan en la esfera de las correspondientes a la mezcladora empleada para la carga de

20.

7 kg. Datos del proceso: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 9 minutos; temperatura inicial, 25°C; temperatura final de fijación, 54°C.

25.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos, valen las afirmaciones que se han hecho en el Ejemplo 4.

Ejemplo 15

Se repite el procedimiento del Ejemplo 14. Discrepando de él, se aumenta la pesada de granulado de

41260,1



7 kg a 70 kg y se utiliza como colorante un preparado constituido por 0,5% de 2,6-di-(2'-hidroxinaftil)-4-pironil-1,3,5-tricina y 0,5% de 1,5-dihidroxi-4-nitro-8-anilinoantraquinona.

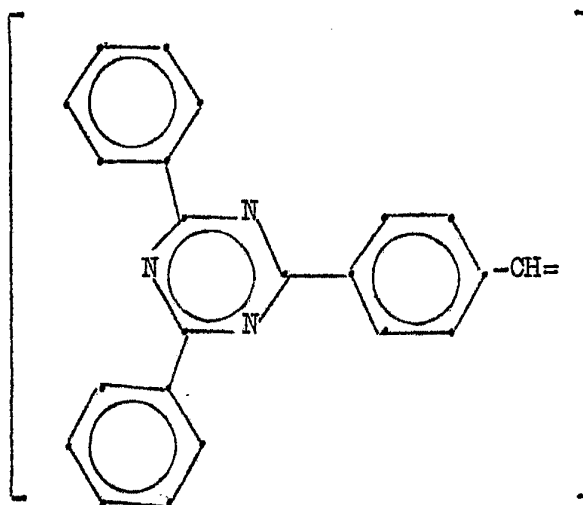
- 5. También discrepando del Ejemplo 14 se recurre a un proceso de refrigeración, que se utiliza en una mezcladora refrigeradora (de 300 litros de volumen), con agitación (120 rpm), hasta que la temperatura del granulado llega a los 50°C. Datos de proceso: tiempo de nixturación (= tiempo de fijación), 3 minutos; tiempo de refrigeración, 4 minutos, temperatura inicial, 44°C; temperatura final de fijación, 75°C.

Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos, valen las comprobaciones del Ejemplo 4.

Ejemplo 16

- 20. Se repite el procedimiento del Ejemplo 12. Discrepando de él, en lugar de un granulado no mateado se utiliza un granulado mateado de un poliéster lineal (0,4% de TiO₂) y, en lugar de un cuerpo colorante, 0,2% del aclarador óptico de la fórmula

25.



412601₁₃

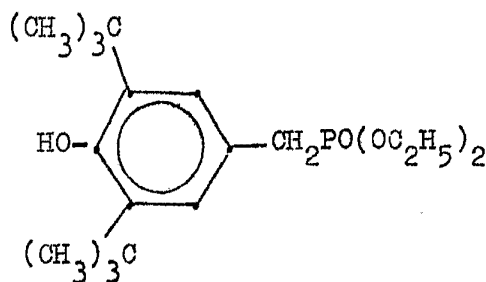


Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 8 minutos; tiempo de refrigeración, 10 minutos; temperatura inicial, 26°C; temperatura final de fijación, 84°C.

Después de la fijación, el producto apareció parcialmente disuelto en la superficie del granulado o respectivamente fijado a ella de manera análoga a la de un pigmento. La calidad de la fijación correspondía a la descrita en el Ejemplo 1. El granulado revestido de aclarador pudo elaborarse sin dificultades para formar hilo sin fin.

Ejemplo 17

Se repite el procedimiento del Ejemplo 10. Discrepando de él, se utiliza en lugar del sustrato no mateado un poliéster lineal mateado y, en lugar de un cuerpo colorante, 0,1% del estabilizador tórnico de la fórmula



Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 4 minutos; temperatura inicial, 33°C; temperatura final de fijación, 51°C.

El producto estaba firmemente fijado a la superficie de los granos del granulado. El granulado revestido pudo convertirse sin dificultades en hilo sin fin.

412601

13M



Ejemplo 18

- En una mezcladora intensiva (sistema Papancoier) cuya calefacción periférica (vapor, ~1,5 atmósferas absolutas) se había conectado durante 3 minutos antes de la carga, se deposita una poliamida lincal de las corrientes en el conercio (poliamida 6), en forma de granulado (sección transversal redonda; 2 mm de diámetro y 3 mm de longitud). Se añade luego el granulado (7 kg) 1% de 2,6-di-(2'-hidroxinaftil)-4-pironil-1,3,5-triacina,
5. se cierra la mezcladora y se inicia la operación de mezcla. Esta se desarrolla de la manera siguiente: 2 minutos de mixturación con 600 rpm, luego 2 minutos con 1200 rpm y a continuación con 1800 rpm hasta que ya no se advierte formación de polvillo dentro de la mezcladora. El
10. tiempo necesario para la fijación del pigmento al granulado es de 12 minutos, la temperatura inicial, de 30°C, y la temperatura final de fijación, de 122°C. Terminada la operación fijadora, se desconecta la calefacción de la mezcladora y se conecta la refrigeración (agua). Luego, con refrigeración constante, se agita a 600 rpm el granulado revestido hasta que la temperatura de éste rebasa el límite de los 50°C. Duración: 16 minutos.
- 15.
- 20.

El granulado muestra, además de la fijación de las partículas de colorante, una disolución parcial, en las capas externas de los granos del granulado, del colorante aplicado. En los hilos de poliéster tejidos en la masa que se obtienen a partir de este granulado, el colorante está prácticamente disuelto. En lo demás valen las indicaciones que se han hecho en el Ejemplo 1.

25.

412601



Las propiedades textiles de los hilos mencionados antes tienen índices normales. Esto indica que durante la operación de mezcla no se produce detrimento del polímero ni del cuerpo colorante.

5.

Ejemplo 19

Se repite el procedimiento del Ejemplo 18 con la misma cantidad de granulado (sección transversal redonda, 2 mm de diámetro y 3 mm de longitud) de poliamida 6 (policaprolactama), empleando 70 g (= 1%) de 4,4'-diamino-1,1'-diantraquinonilo. Respecto a los tiempos y las temperaturas, la operación de mezcla transcurre así: tiempo de revestimiento, 14 minutos; tiempo de refrigeración, 12 minutos; temperatura inicial, 35°C; temperatura final de fijación, 122°C.

10.

15.

El granulado resultante puede convertirse sin dificultades en hilo sin fin de poliamida 6; por ejemplo, en la instalación de hilatura en fusión Inventa, ya citada. Por lo que respecta a la calidad de la fijación del pigmento al granulado y a las propiedades de los hilos teñidos en la masa que con él se fabrican, valen las indicaciones que se han hecho en el Ejemplo 1.

20.

Ejemplo 20

Se repite el procedimiento del Ejemplo 18, discrepando de él, se modifica la actuación de la mezcladora de la manera siguiente: después de cargar el granulado, se conecta la calefacción de la mezcladora (calefacción periférica; vapor $\sqrt{1,5}$ atmósferas absolutas) y se calienta el granulado hasta que éste alcanza la temperatura de $80 + 5^\circ\text{C}$. Durante este proceso de calentamiento se agita

25.

412601



el granulado durante 10 segundos a 600 rpm en intervalos de 50 segundos cada uno. Alcanzada la temperatura de 80°C, al cabo de unos 15 a 20 minutos (el tiempo depende de la forma del granulado - densidad o granel-) se realiza de

5. manera análoga a la del Ejemplo 1 la operación de mezcla y asimismo la operación de refrigeración. Los datos de proceso alcanzados en la operación de mezcla son: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 8 minutos; tiempo de refrigeración, 19 minutos; temperatura inicial, 80°C;
10. temperatura final de fijación, 149°C.

Por lo que atañe a las propiedades del granulado tejido por este método, así como a los hilos tejidos en la masa que de él se obtienen, valen las indicaciones del Ejemplo 18.

15.

Ejemplo 21

Se repite el procedimiento del Ejemplo 20, pero utilizando como substrato granulado de poliamida 6 y como pigmento el 4,4'-diamino-1,1'-diantraquinonilo. Los datos alcanzados en el proceso son: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 11 minutos; tiempo de refrigeración, 18 minutos; temperatura inicial, 80°C; temperatura final de fijación, 168°C.

20.

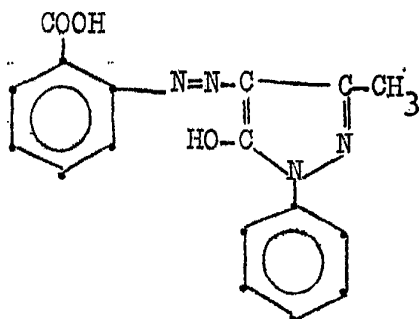
Respecto a las propiedades del granulado y de los hilos valen las mismas indicaciones del Ejemplo 20.

25.

Ejemplo 22

Se repite el procedimiento del Ejemplo 20. Discrepando de él, se utiliza, como substrato, granulado de poliamida 6 y, como colorante soluble en el substrato, el complejo crómico 1:2 del colorante monoazoico de la fórmula

412601  1973



5.

10. Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 8 minutos; tiempo de refrigeración, 22 minutos; temperatura inicial, 80°C; temperatura final de fijación, 159°C.

15. Respecto a las propiedades del granulado y de los hilos valen las mismas indicaciones que en el Ejemplo 18.

Ejemplo 23

Se repite el procedimiento del Ejemplo 19. Discrepando de él, se utiliza un preparado pigmentario constituido en el 50% por beta-cuproftalocianina y en el 50% por bhenato de magnesio. Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 9 minutos; tiempo de refrigeración, 35 minutos; temperatura inicial, 81°C; temperatura final de fijación, 136°C.

25. Respecto a las propiedades del granulado y de los hilos valen las mismas comprobaciones que en el Ejemplo 19.

Ejemplo 24

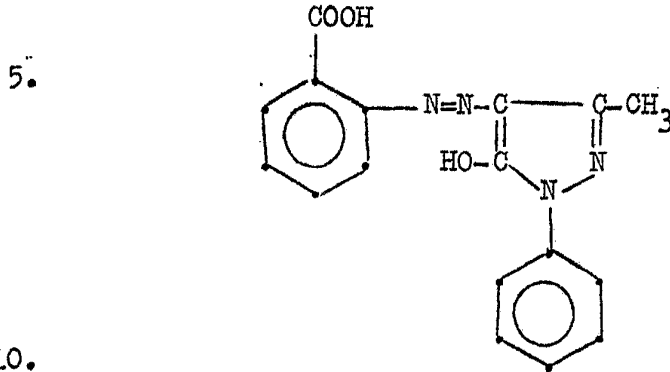
Se repite el procedimiento del Ejemplo 18. Discrepando de él, se reduce el volumen de la carga a

412601



1977

5 kg, se utiliza 1% del complejo crómico 1:2, soluble en el substrato, del colorante monoazoico de la fórmula



15. y se modifica la actuación de la mezcladora Papenmeier de la manera siguiente: carga del granulado y el cuerpo colorante en la mezcladora no caldeada y principio de la operación de mezcla; 30 segundos de mezcla previa a 600 rpm y luego elevación de la velocidad de la mezcladora a 2600 rpm durante 30 segundos y mantenimiento de este número de revoluciones hasta que ya no se advierte formación de polvillo en la mezcladora. El tiempo de mixturación (= tiempo de fijación) es de 3 minutos; la temperatura inicial, de 24°C; y la temperatura final de fijación, de 45°C.

20.

25. Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos valen las comprobaciones que se han hecho en el Ejemplo 18.

Ejemplo 25

Se repite el procedimiento del Ejemplo 24. Discrepando de él, se utiliza 1% de beta-cuproftalocianina como cuerpo colorante. Datos del proceso: tiempo de mix-

412601



turación (= tiempo de fijación), 8 minutos; temperatura inicial, 34° C; temperatura final de fijación, 91° C.

A causa de la alta temperatura final de fijación, a discrepancia del Ejemplo 24 se conecta, al final de

5. la fijación, la refrigeración de agua de la mezcladora y se refrigera, con agitación (600 rpm), el granulado revestido hasta que éste alcanza la temperatura de 50° C. Duración de la refrigeración: 12 minutos.

10. Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos, valen las mismas manifestaciones que se han hecho en el Ejemplo 19.

Ejemplo 26

Se repite el procedimiento del Ejemplo 24.

15. Discrepando de él, se utiliza 2 % de un preparado constituido por 40 % de alfa-cuproftalocianina y 60 % de una resina politerpénica. Tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 4 minutos; temperatura inicial, 30° C; temperatura final de fijación, 50° C.

20. Respecto a las propiedades del granulado, de la elaboración y de los hilos valen las mismas manifestaciones que en el Ejemplo 19.

Ejemplo 27

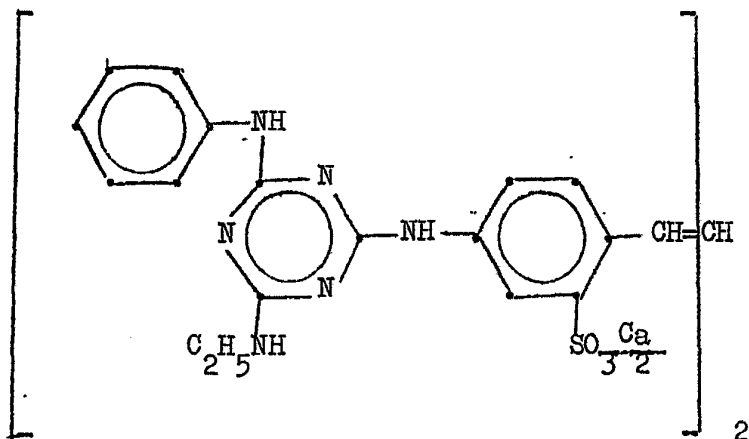
Se repite el procedimiento del Ejemplo 25.

25. Discrepando de él, se utiliza como sustrato, en lugar de una poliamida lineal no mateada, una poliamida lineal mateada (0,4 % de TiO_2) y, en lugar de un colorante, 0,2 % del aclarador óptico de la fórmula
-

412601



5.



10.

Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 4 minutos; tiempo de refrigeración, 10 minutos; temperatura inicial, 30° C; temperatura final de fijación, 87° C.

15.

El aclarador queda en parte disuelto en la superficie y en parte fijado a ella. La calidad de la fijación corresponde a la calidad de la que se ha descrito en el Ejemplo 19. El granulado revestido de aclarador puede sin dificultades convertirse en hilo sin fin.

20.

Ejemplo 28

Se repite el procedimiento del Ejemplo 27. Discrepando de él, se emplea para el revestimiento, en lugar del aclarador óptico, 0,1 % de un agente anti-actínico de la fórmula

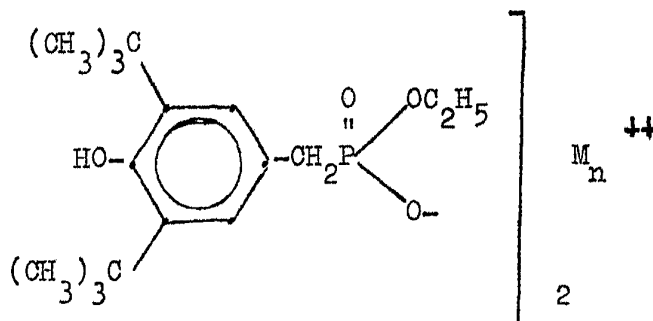
25.



412601



5.

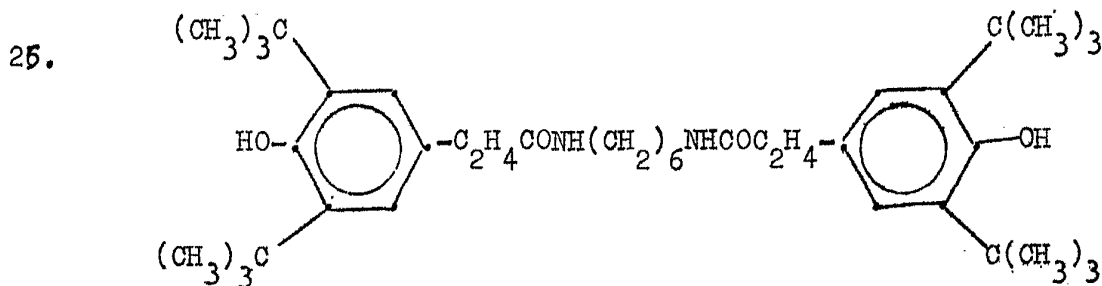


10. y se omite la operación de refrigeración que en el Ejemplo 27 es necesaria después de la fijación. Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 4 minutos; temperatura inicial, 17° C; temperatura final de fijación, 44° C.

15. El producto queda fijado a la superficie del granulado y la calidad de la fijación corresponde a la calidad de la que se ha descrito en el Ejemplo 19. El granulado revestido pudo elaborarse sin dificultades para formar hilo sin fin.

Ejemplo 29

20. Se repite el procedimiento del Ejemplo 28. Discrepando de él, en lugar del agente antiactínico que allí se utiliza se emplea 0,5 % de un estabilizador térmico de la fórmula



412601



Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 4 minutos; temperatura inicial, 24° C; temperatura final de fijación, 54° C.

5. Respecto a las propiedades del granulado y de la elaboración, valen las mismas manifestaciones que en el Ejemplo 28.

Ejemplo 30

10. Se repite el procedimiento del Ejemplo 24. Discrepando de él, se emplea como substrato para teñir una poliamida lineal del tipo de la poliamida 11 (Poli-mega-undecanolactama). Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 13 minutos; tiempo de refrigeración, 13 minutos; temperatura inicial, 28° C; temperatura final de fijación, 80° C.

15. Por lo que atañe a las propiedades del granulado teñido por este método, así como a las de los hilos teñidos en la masa que de él se obtienen, valen las manifestaciones del Ejemplo 18.

Ejemplo 31

20. Se repite el procedimiento del Ejemplo 30. Discrepando de él, se emplea como substrato para teñir una poliamida lineal del tipo de la poliamida 12 (poli-lauril-lactama). Datos del proceso: tiempo de mixturación (= tiempo de fijación), 13 minutos; tiempo de refrigeración, 11 minutos; temperatura inicial, 37° C; temperatura final de fijación, 72° C.

25. Por lo que atañe a las propiedades del granulado teñido por este método, así como a las de los hilos teñidos en la masa que de él se obtienen,

412604

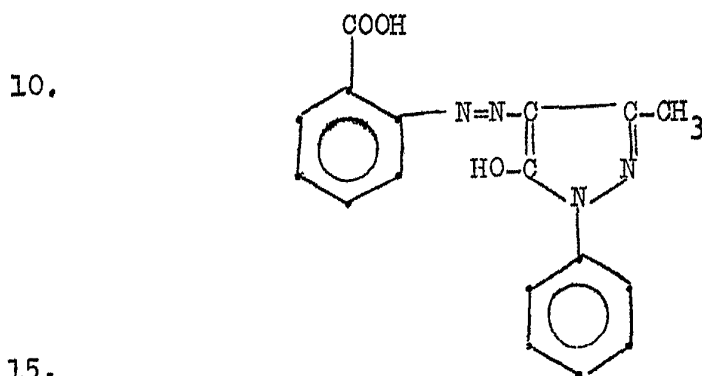


valen las manifestaciones del Ejemplo 18.

Ejemplo 32

Se repite el procedimiento del Ejemplo 30.

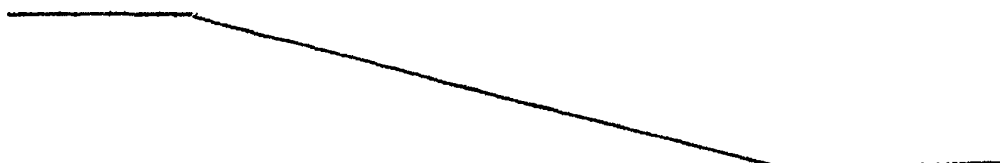
5. Discrepando de él, se utiliza como sustrato un granulado de poliamida 6,6 (adipato de polihexametileno) y como colorante 1 % del complejo crómico 1:2 del colorante monoazoico de la fórmula



20. Datos del proceso: tiempo de mezcla (= tiempo de fijación), 8 minutos; tiempo de refrigeración, 12 minutos; temperatura inicial, 25° C; temperatura final de fijación, 76° C.

Ejemplo 33

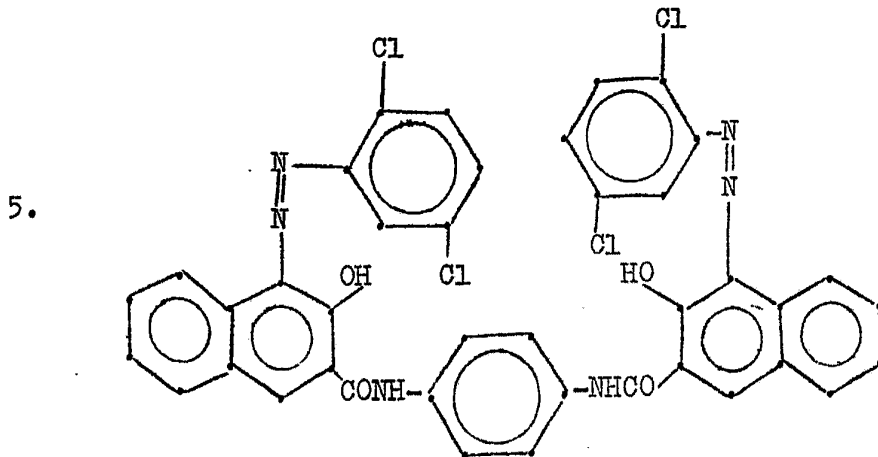
25. Se repite el procedimiento del Ejemplo 1. Discrepando de él, se emplea un preparado pigmentario constituido por 50 % del pigmento disazoico de la fórmula



412601



13



10.

y 50 % de una resina de hidrocarburo vinilaromático, puesta en el mercado por la firma Esso con el nombre comercial de Escorez 7403.

Ejemplo 34

15.

Se procede tal como se ha indicado en el Ejemplo 1, pero empleando un preparado constituido por 50 % de hoxadecaclorocuproftalocianina y 50 % de una resina politerpénica puesta en el mercado por la firma Esso con el nombre comercial de Escorez 4110.

20.

Ejemplo 35

Se procede tal como se ha indicado en el Ejemplo 1, pero empleando un preparado constituido por 50 % de hollín y 50 % de un polimerizado mixto de vinil-tolueno y butadieno, puesto en el mercado por la firma

25.

Goodyear con el nombre comercial de Pliolite VT-L.

REIVINDICACIONES

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



suizas nº 3733/72, nº 3734/72, nº 3753/72 del 14 de Marzo de 1972 y 2919/73 del 28.2.73.

5. 1. Procedimiento para preparar granulados teñidos a base de poliamidas lineales o poliésteres lineales, caracterizado por combinarse los granulados a temperaturas entre 30 y 200°C con pigmentos o colorantes solubles en los polímeros, en una homogeneizadora giratoria rápida, hasta que la superficie de las partículas del granulado esté plastificada y los pigmentos o los colorantes estén fijados a los granulados, y, si es preciso, enfriarse la composición.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, por 100 partes del granulado, de 0,1 a 5 partes de pigmento o de colorante.
15. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por emplearse una homogeneizadora con una gama de revoluciones de 300 a 3000 por minuto.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que la duración de la operación es de 3 a 20 minutos.
25. 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en una forma preferente de realización, se utilizan granulados de poliamidas lineales y colorantes solubles en el substrato.
30. 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque así mismo en otra forma preferente de realización, se utilizan granulados de poliamidas li-

ME



neales y pigmentos.

5. 7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque también en otra forma preferente de realización, se utilizan granulados de poliésteres lineales y pigmentos.

8. Procedimiento para preparar granulados teñidos a base de poliamidas lineales o poliésteres lineales.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 28 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 13 de Marzo de 1973

p.a.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'J. L. MORA', written over a circular stamp that contains the text 'J. L. MORA'.

Firmado: JOSE L. MORA

mte