

415984



Case O.1178+O.1179 Div.

F-c. 15-7-75

Int. Cl.² C08G

415984

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

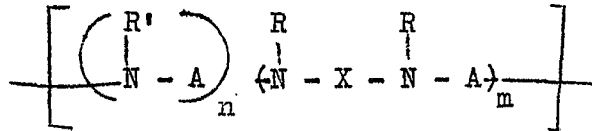
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FIBRAS TEXTILES TINGIBLES", a favor de la firma italiana MONTECATINI EDISON S.p.A., residente en MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a una clase de poliamidas básicas, a su preparación y a su aplicación como modificadores tintóreos. Las poliamidas de este invento se caracterizan por una cadena polimérica que comprende unidades mono-

5. méricas, iguales o diferentes unas de otras, del tipo :



10. en la que R representa hidrógeno, alquilo, arilo o cicloalquilo, X es un radical alifático bivalente o un radical ci-

415984

16



5. cicloalifático, aromático o heterocíclico bivalente, que puede contener, además de carbono e hidrógeno, también nitrógeno en forma de grupos amínicos secundarios o terciarios o puede contener heteroátomos tales como O, S y P, y que con uno de los R puede ser parte de un anillo heterocíclico; A es un radical bivalente del tipo:

$$-\text{CH}_2-\underset{\text{Y}}{\text{CH}}-\text{CO}$$

(donde Y es igual a hidrógeno o alquilo); R' es un radical alifático, cicloalifático o aromático que contiene 30 átomos de carbono a lo sumo, y donde m y n son números por valor de 1 a 99. El invento se refiere además a la preparación de estas poliamidas básicas y a su aplicación para teñir fibras textiles a base de polímeros sintéticos altos. Se conocen poliamidas básicas que se obtienen de la poli-condensación de ácido isocincomerónico con diaminas cuya preparación se ha descrito en la patente italiana nº 692.162, a favor de la propia peticionaria.

10.

15.

20. Por otra parte, en la patente italiana nº 785.574 se han descrito los métodos para la preparación de poliamidas básicas obtenidas por policondensación de una N,N'-bis-(omega-carboalcoxi)alquil)-piperacina con una diamina.

25. En una serie de artículos que aparecieron en "Chimica e Industria" (Marzo de 1967, página 271; mayo de 1967 página 453; Junio de 1967, página 587; y agosto de 1967, página 826) se han descrito ciertas poliamidas básicas obtenidas por policondensación de varios derivados de diacrililo con diversas aminas.

Se conocía ya la preparación de poliamidas básicas por reacción de un éster acrílico o metacrílico con



415984
una o más poliaminas.

La peticionaria ha descubierto ahora sorprendente-
mente, y esto constituye uno de los objetos del invento, que
pueden obtenerse de manera fácil y barata nuevas poliamidas

- 5. por reacción de un éster acrílico o metacrílico con aminas alifáticas, cicloalifáticas o aromáticas que contengan a lo menos 30 átomos de carbono (como, por ejemplo: metilamina, etilamina, propilamina, butilamina, hexilamina, octilamina, dodecilamina, octadecilamina, ciclohexilamina, anilina o para-toluidina) y con una o más poliaminas.

En calidad de éster acrílicos se usan preferente-
mente los de número bajo de átomos de carbono, como:
acrilato de metilo, acrilato de etilo y metacrilato de me-
tilo. No obstante, pueden usarse también ésteres acrílicos de
15. mayor número de átomos de carbono, como, por ejemplo: acri-
lato de butilo, metacrilato de butilo, acrilato de 2-etil-
hexilo y otros ésteres acrílicos semejantes.

En calidad de poliaminas pueden usarse las com-
prendidas en la fórmula general

- 20.
$$R-NH-X-NH-R$$

en la que

- R es hidrógeno, alquilo, arilo o cicloalquilo y
- X es un radical alifático, cicloalifático, aromá-
tico o heterocíclico bivalente, el cual puede con-
25. tener, además de carbono e hidrógeno, nitrógeno
en forma de grupos amínicos secundarios o tercia-
rios o heteroátomos tales como O, S y P, y que con
uno de los R puede ser parte de un anillo hetero-
cíclico.

415984



15 JUN. 1973

- Entre las diversas poliaminas que pueden usarse preferentemente de acuerdo con este invento cabe señalar:
- la etilendiamina, la hexametilendiamina, la dietilentriamina, la tetraetilenpentamina, la piperacina, la N-(2-amino-
5. etil)-piperacina, la para-fenilendiamina, la 4,4'-metilendianilina, la N,N'-dimetilhexametilendiamina, la N,N'-dibutylhexametilendiamina, etc.

- Las poliamidas básicas se preparan en presencia o en ausencia de disolventes y/o de agentes condensantes, por
10. reacción del éster acrílico o metacrílico en primer lugar con la amina alifática, cicloalifática o aromática provista de 30 átomos de carbono a lo sumo y sucesivamente con la poliamina, a temperaturas comprendidas entre la del ambiente y 100-120°C, y completando luego la policondensación por ca-
15. lentamiento a temperaturas comprendidas entre 120 y 300°C, a ser posible con empleo también del vacío para eliminar el alcohol que se desprende en la policondensación.

- La relación molar entre el éster acrílico o metacrílico y el total de las mismas es preferentemente de 1:1.
20. No obstante, puede usarse también un exceso de uno u otro de los reactivos, pero preferentemente un exceso del total de aminas hasta el 30%.

- La amina alifática, cicloalifática o aromática pro-
25. vista de 30 átomos de carbono a lo sumo y la poliamina (o la mezcla de varias aminas) puede hallarse en la mezcla reaccional en la proporción más amplia una respecto a otra. En efecto, respecto al total de aminas, cada amina puede variar del 1% al 99% molar.

Las poliamidas básicas obtenidas según este inven-

415984



5. to pueden usarse directamente para la modificación tintórea de las fibras textiles y asimismo de las películas, las tiras, los objetos moldeados y similares a base de polímeros olefínicos constituidos fundamentalmente por macromoléculas isotácticas y particularmente receptivos para los colorantes de las clases de los colorantes ácidos, metalizados y plastosolubles.

10. Más particularmente, las poliamidas de este invento pueden mezclarse con poliolefinas, lo que da, por extrusión de dichas mezclas, fibras que muestran mejor afinidad para los colorantes.

15. En una patente anterior a favor de la propia peticionaria, se ha descrito como es posible incrementar la receptividad para los colorantes de los artículos hechos de poliolefinas constituidas fundamentalmente por macromoléculas isotácticas, por mezclas de los polímeros, antes del moldeo, con resinas de condensación caracterizadas por el grupo funcional -NHCO-.

20. Dichas resinas, preferentemente de grado bajo de condensación, se obtienen de la policondensación de aminoácidos superiores, de la condensación de diaminas con ácidos dicarboxílicos, de la condensación de amidas cíclicas, como la épsilon-caprolactama (poliamidas), o de la reacción de di-isocianatos con glicoles superiores (poliuretanos) y de la reacción de di-isocianatos con diaminas (poliureas).

25. También se ha descrito la modificación tintórea del polipropileno por adición de poliamidas básicas obtenidas por policondensación de ácido isocincomerónico con diaminas.

415984

- 6 -



Se ha descrito además la modificación tintórea del polipropileno por adición de poliamidas básicas obtenibles por policondensación de una N,N'-bis-(omega-carboxialquil)-piperacina con una diamina.

5. Por último, se conocía la modificación tintórea del polipropileno por adición de poliamidas básicas obtenibles mediante reacción de un éster acrílico o metacrílico con una o más poliaminas.

10. De hecho, la peticionaria ha descubierto ahora sorprendentemente, y esto constituye otro objeto del invento, que la elaborabilidad de las mezclas a base de polipropileno, en las diversas operaciones técnicas (granulaciones, extrusión, estiramiento y acabado textil), mejora de modo importante y se obtienen fibras textiles particularmente receptivas a los colorantes de las clases ácidas, metalizadas y plastosolubles, si se usan mezclas que constan de 99 a 75% en peso, pero preferentemente 98 a 90% en peso, de una poliolefina constituida fundamentalmente por macromoléculas isotácticas y de 1 a 25% en peso, pero preferentemente 2 a 10% en peso, de una poliamida o copoliamida básica preparada según el método que a continuación se describe.

15. Según este invento, se usan las poliolefinas constituidas principalmente por macromoléculas isotácticas obtenidas por polimerización de presión baja con catalizadores estereoespecíficos.

20. En calidad de poliolefinas cristalina se usa preferentemente el polipropileno constituido fundamentalmente por macromoléculas isotácticas, obtenido por la polime

415984



rización estereoespecífica del propileno; o bien pueden usarse los copolímeros cristalinos de propileno/etileno con contenido predominante de propileno.

- Apropiadas para la aplicación de acuerdo con este
5. invento son en general 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, el polipropileno, el polibuteno-1, el poli-4-metilpenteno-1, el poliestireno, etc.
10. La mixturación de la poliamida básica con la poliolefina, de acuerdo con este invento, se efectúa generalmente por simple mixturación conjunta de ambos materiales en forma de polvo.
15. Es posible, no obstante, efectuar la adición también por otros métodos; como, por ejemplo, la mixturación del polímero olefínico con una solución de la poliamida básica en un disolvente apropiado, seguida por evaporación del disolvente en cuestión, o mediante adición de la poliamida básica durante la polimerización o al final de ella.
20. De acuerdo con este invento, es también posible mezclar directamente con la poliolefina el producto no policondensado de la reacción de los reactivos utilizados para preparar la poliamida, dejando que la policondensación se produzca durante los tratamientos térmicos a que se somete el polímero durante las operaciones de granulación e hilatura.
- 25.

Para la preparación de hilos, se granulan las mezclas y luego se extruyen por medio de dispositivos apropiados de hilatura en fusión, actuando en ausencia de oxígeno, pero preferentemente en atmósfera de gases inertes

415984



18

por ejemplo, nitrógeno).

5. Durante la mixturación pueden agregarse también a los polímeros agentes opacificantes, pigmentos, colorantes orgánicos o inorgánicos, estabilizadores, lubricantes, dispersantes y otros aditivos parecidos.

10. Los hilos, después de la hilatura, pueden someterse a una operación de estiramiento con una relación de estiramiento de 1:2 a 1:20, a temperaturas comprendidas entre 80 y 150°C y en aparatos estiradores caldeados, ya sea por aire caliente, ya sea por vapor o flúido semejante o provistos de placas calefactoras; o bien se los puede someter a una fuerte orientación después de la extrusión procediendo de acuerdo con lo que se ha descrito en patentes anteriores a nombre de esta peticionaria.

15. Es preferible someter los hilos a un tratamiento dimensional (estabilización de las dimensiones) con retracción libre o impedida, a temperatura de 80 a 160°C y de acuerdo con lo que se ha descrito en patentes anteriores a nombre de esta peticionaria.

20. La hilatura puede efectuarse utilizando hileras corrientes, de preferencia hileras con agujeros que tengan diámetro superior a 0,5 milímetros y relación de longitud/diámetro superior a 1,1, pero preferentemente comprendida entre 10 y 30.

25. Los agujeros de las hileras pueden tener sección circular o no circular.

Las composiciones tingibles de acuerdo con este invento forman también el forro interno o externo de fibras de núcleo con camisa o una parte de una fibra conjugada.

415984



5. Los hilos que se obtienen actuando de acuerdo con este invento pueden ser monofilamentos o plurifilamentos y se usan para la preparación de filamentos continuos o de hebras, para la preparación de hilos o hebras engrosadas y para la preparación de estructuras sin tejer ("spun bonded" y "non-wovens" en general).

10. Los monofilamentos o plurifilamentos obtenidos de acuerdo con este invento pueden someterse a otros tratamientos con reactivos capaces, si es preciso, de hacer que las poliamidas básicas presentes en el producto resulten completamente insolubles en agua. Particularmente aptos para este fin son los tratamientos con compuestos monoepoxídicos y diepoxídicos, con monoisocianatos y diisocianatos, con monoaldehidos y dialdehidos, con halógenos, con divinilbenceno, etc.

15. Estos tratamientos pueden efectuarse antes o después de la operación de estiramiento. Además de servir para la preparación de hilos, las composiciones de acuerdo con este invento pueden usarse para la preparación de películas, cintas, objetos moldeados y similares.

20. Las fibras obtenidas de acuerdo con este invento manifiestan considerable receptividad para los colorantes pertenecientes a las clases de los colorantes ácidos, metalizados y plastosolubles y las fibras teñidas demuestran tener buena estabilidad, y en particular buena solidez a la luz.

25. Las fibras y los otros artículos manufacturados pueden además someterse a un tratamiento ácido que mejore la tingibilidad y la solidez del color.

415984



5. El método resulta aplicable para la modificación tintórea de las fibras, no solo de los polímeros olefínicos sino también de los polímeros fibrogenos de tipo diferente, como, por ejemplo; polímeros acrílicos (como el poliacrilonitrilo), polímeros vinílicos (como el cloruro de polivinilo), poliésteros, poliamidas, etc.

10. Las operaciones tintóreas se efectuaron por 1.1/2 horas al punto de ebullición, en baños tintóreos que contenían 2,5% de colorante (ácido, premetalizado o plastosoluble) respecto al peso de las fibras y con una relación de fibra/baño igual a 1:40.

15. Las tinturas con colorantes ácidos y premetalizados se efectuaron en presencia de 1% en peso, respecto a la fibra, de un surfactante constituido por el producto de la condensación de óxido de etileno con un alquilfenolo de la sal sódica de la N-oleil-N-metiltaurida. Treinta minutos después de iniciarse la ebullición, se añadió 2%, respectó al peso de la fibra, de una solución de ácido acético al 20%, para mejorar el agotamiento de los baños.

20. Las tinturas con colorantes plastosolubles se efectuaron en presencia de 2% de surfactante y 3% de acetato amónico, respecto al peso de la fibra.

25. Después de la tinción, los hilos se enjuagaron con agua corriente y aparecieron entonces intensamente colorados, tanto con los colorantes ácidos y premetalizados como con los colorantes plastosolubles.

La solidez a la luz, la resistencia al lavado y la resistencia al frote del material teñido resultaron plenamente satisfactorias.

415984



Como es lógico, en los detalles de la realización práctica de este invento cabe introducir amplias variaciones y cambios sin salirse por ello del espíritu ni del alcance de este invento.

5.

Ejemplo 1

Se calentaron a temperatura de 100°C, por 2 horas, con agitación y en atmósfera de nitrógeno, 269 g (1 mol) de octadecilamina y 172 g (2 moles) de acrilato de metilo. Se añadieron luego a esta mezcla 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina y luego se calentó el conjunto a 100°C por 2 horas más, a 120°C por 2 horas, a 150°C por 1 hora y a 180°C por 1 hora todavía, mientras se eliminaban el metanol formado durante la reacción. Luego se efectuó otro tratamiento más de 1 hora a 180°C, en vacío.

10.

15.

La poliamida básica así obtenida apareció como un producto sólido de color amarillento, con una viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,08$ dl/g, medida en solución al 0,5% de isopropanol, y con un punto de fusión 120°C; nitrógeno titulable: hallado = 5,4% (calculado = 5,5%).

20.

Ejemplo 2

En atmósfera de nitrógeno se calentaron a 100°C por 2 horas y con agitación 185 g (1 mol) de dodecilamina y 172 g (2 moles) de acrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron luego 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina y a continuación se calentó toda la mezcla a 100°C por 2 horas más, a 120°C por 2 horas, a 150°C por 1 hora y a 180°C por 1 hora todavía, mientras se eliminaba todo el metanol formado durante la reacción. Luego se efectuó otro tratamiento a 180°C por una hora, en vacío.

25.

415984



La poliamida básica así obtenida apareció como un producto semisólido, de color amarillo claro y con un índice de nitrógeno titulable de 6,5% (calculado = 6,6%).

EJEMPLO 3

5. En corriente de nitrógeno y con agitación, se calentaron a 100°C por 2 horas, 269 g (1 mol) de octadecilamina y 172 g (2 moles) de acrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron luego 208 g (1,1 moles) de tetraetilenpentamina y se volvió a calentar el conjunto a 100°C por 2 horas, a 120°C por 2 horas, a 150°C por 1 hora y a 180°C por 1 hora, mientras se eliminaba el metanol formado durante la reacción. Por último, se efectuó todavía un tratamiento de 1 hora a 180°C, en vacío.

15. La poliamida básica así obtenida apareció en forma de un producto sólido de color amarillo; nitrógeno titulable: hallado = 10,0% (calculado = 10,0%).

EJEMPLO 4

20. En corriente de nitrógeno y con agitación, se calentaron, a 100°C por 2 horas, 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina y 51,6 g (0,6 moles) de acrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina y 60,2 g (0,7 moles) de acrilato de metilo y luego se volvió a calentar el conjunto a 100°C por 2 horas, a 120°C por 2 horas, a 150°C por 1 hora y a 180°C por 1 hora más, mientras se eliminaba el metanol formado durante la reacción. Seguidamente se efectuó otro tratamiento de 1 hora a 180°C, en vacío.

La poliamida básica así obtenida apareció en forma de un sólido de color amarillo claro y con una viscosi-

415984



dad intrínseca $[\eta] = 0,08$ dl/g (medida en solución al 0,5% en isopropanol); el nitrógeno titulable fué: hallado = 9,85%; calculado = 10,0 %.

EJEMPLO 5

5. En corriente de nitrógeno y con agitación, se calentaron a 100°C por 2 horas 55,5 g (0,3 moles) de dodecilamina y 51,6 g (0,6 moles) de acrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina y 60,2 g (0,7 moles) de acrilato de metilo y luego se calentó el conjunto a 100°C por 2 horas, a 120°C por 2 horas, a 150°C por 1 hora y a 180°C por 1 hora más, mientras se eliminaba el metanol formado durante la reacción. Por último, se efectuó otro tratamiento de 1 hora a 180°C en vacío.

15. La poliamida básica así obtenida apareció en forma de un producto sólido, céreo y de color amarillo claro, con una viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,08$ dl/g (medida en una solución al 0,5% en isopropanol); nitrógeno titulable: hallado = 10,90%; calculado = 11,0%.

EJEMPLO 6

20. En corriente de nitrógeno y con agitación, se calentaron a 100°C por 2 horas 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina y 60g(0,6 moles) de metacrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron 129g(1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina y 70g (0,7 moles) de metacrilato de metilo y luego se calentó el conjunto otra vez por 2 horas a 100°C, por 2 horas a 120°C, por 1 hora a 150°C y por 1 hora a 180°C, mientras se eliminaba todo el metanol formado durante la reacción. Por último se aplicó en vacío otro tratamiento de 1 hora a 180°C.

415984

- 14 -



- La poliamida básica así obtenida apareció en forma de un producto sólido de color amarillo claro y con una viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,06$ dl/g (medida en solución al 0,5 = en isopropanol); nitrógeno titulable; hallado = 9,35%; calculado = 9,4 %.

EJEMPLO 7

- En corriente de nitrógeno y con agitación, se calentaron a 100°C por 2 horas 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina y 51,6 g (0,6 moles) de acrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron 64,5 g (0,5 moles) de N-(2-aminoetil)-piperacina, 94,5 g (0,5 moles) de tetraetilpentamina y 60,2 g (0,7 moles) de acrilato de metilo y luego se calentó el conjunto por 2 horas más a 100°C, por 2 horas a 120°C, por 1 hora a 150°C y por 1 hora a 180°C, mientras se eliminaba todo el metanol formado durante la reacción. Por último, se aplicó todavía un tratamiento en vacío de 1 hora a 180°C.

- La poliamida básica así obtenida apareció en forma de un producto sólido de color amarillo claro y con una viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,10$ dl/g (medida de solución al 0,5% en isopropanol); nitrógeno titulable: hallado = 12,2%; calculado = 12,2%.

EJEMPLO 8

- EN corriente de nitrógeno y con agitación, se calentaron a 100°C por 2 horas 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina y 51,6 g (0,6 moles) de acrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron 60 g (1 mol) de etilendiamina y 60,2 g (0,7 moles) de acrilato de metilo y luego se calentó el conjunto por 2 horas a 100°C, por 2 horas a 120°C,



por 1 hora a 150°C y por 1 hora a 180°C, mientras se eliminaba el metanol formado durante la reacción. Por último, se aplicó en vacío otro tratamiento de 1 hora a 180°C.

5. La poliamida básica así obtenida apareció en forma de un producto sólido de color amarillo claro y con una viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,06$ dl/g (medida en solución al 0,5% en isopropanol); nitrógeno titulable; hallado = 8,4%; calculado = 8,6%.

EJEMPLO 9

10. En corriente de nitrógeno y con agitación, se calentaron a 100°C por 2 horas 53,8 g (0,2 moles) de octadecilamina y 34,4 g (0,4 moles) de acrilato de metilo. A esta mezcla se añadieron 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina y 68,8 g (0,8 moles) de acrilato de metilo y luego
15. se calentó el conjunto por 2 horas a 100°C, por 2 horas a 120°C, por 1 hora a 150°C y por 1 hora a 180°C, mientras se eliminaba el metanol formado durante la reacción. Por último, se aplicó en vacío otro tratamiento de 1 hora a 180°C.

- La poliamida básica así obtenida apareció en forma de un producto sólido de color amarillo claro y con viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,11$ dl/g (medida en una solución al 0,5 % en isopropanol); nitrógeno titulable: hallado = 11,2 %; calculado: 11,3%.

EJEMPLO 10

25. Se mezclaron conjuntamente 80 g de una poliamida básica, obtenida tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, con 920 g de polipropileno (índice de fusión, 22,5; cenizas = 0,009%; residuo en la extracción con heptano: 97,2%).

Luego se extruyó esta mezcla a 220°C y el granu-

415984

- 16 -



lado obtenido se transformó en fibras en condiciones operativas siguientes :

Hilatura :

- | | | |
|-----|----------------------------------|---|
| | Temperatura del tornillo | 230° C |
| 5. | Temperatura del cabezal extrusor | 230° C |
| | Temperatura de la hilera | 235° C |
| | hilera : | de 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro cada uno y 16 mm de longitud |
| | presión máxima : | 50 kg/cm ² |
| 10. | velocidad de arrollamiento : | 400 m/min. |

Estiramiento :

- | | | |
|--|----------------------------|--------|
| | Temperatura | 130° C |
| | medio | vapor |
| | relación de estiramiento : | 1:5 |

15. Las fibras obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes siguientes :

- | | | |
|-----|----------------------|---------------------------|
| | Rojo para lana B | (rojo ácido 115 del C.I.) |
| | Azul de alizarina SE | (azul ácido 43 del C.I.) |
| | Rojo Lanasyn 2GL | (rojo ácido 216 del C.I.) |
| 20. | Pardo Lanasyn 3RL | (pardo ácido 30 del C.I.) |

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

EJEMPLO 11

25. Se mezclaron 70 g de la poliamida básica obtenida según el Ejemplo 2 con 930 g de polipropileno que tenía un índice de fusión de 22,5, un contenido de cenizas de 0,009% y un residuo después de extracción heptánica de 97,2%.

Se extruyó la mezcla a 220°C y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones operati-



vas siguientes :

Hilatura

	Temperatura del tornillo	235° C
	Temperatura del cabezal extrusor	240° C
5.	Temperatura de la hilera	240° C
	Hilera constituida por :	60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud
	velocidad de arrollamiento :	400 m/minuto

Estiramiento :

10.	Temperatura	130° C
	medio :	vapor
	relación de estiramiento :	1 : 5

Las fibras obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10. Las fibras

15. teñidas resultaron de buena solidez a la luz y buena resistencia al lavado y frote.

EJEMPLO 12

20. Se mezclaron 50 g de una poliamida básica obtenida según el Ejemplo 3 con 950 g de polipropileno que tenía un índice de fusión de 22,5, un contenido de cenizas de 0,009 % y un residuo después de extracción heptánica de 97,2 %.

25. Se extruyó esta mezcla a 220°C y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones operativas siguientes :

Hilatura :

	Temperatura del tornillo	240° C
	Temperatura del cabezal extrusor :	240° C
	Temperatura de la hilera :	245° C

415984

- 18 -



hilera constituida por : 60 agujeros de 0,8 mm
diámetro y 16 mm de
longitud

presión máxima 51 kg/cm²

velocidad de arrollamiento 400 m/min.

5. Estiramiento :

Temperatura 130° C

medio vapor

relación de estiramiento 1 : 5

- Las fibras obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10. Las fibras teñidas mostraron buena solidez a la luz y buena resistencia al lavado y al frote.

EJEMPLO 13

15. Se mezclaron 50 g de una poliamida básica (obtenida por reacción de 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina, 111,8 g (1,3 moles) de acrilato de metilo y 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina) con 950 g de polipropileno (de índice de fusión = 22,5; cenizas = 0,009 %; y residuo después de extracción heptánica = 97,2%).

20. Se extruyó esta mezcla a 220°C y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones operativas siguientes :

Hilatura :

Temperatura del tornillo 230° C

25. Temperatura del cabezal extrusor: 230° C

Temperatura de la hilera : 240° C

Hilera constituida por : 60 agujeros de 0,8 mm
diámetro y 16 mm de
longitud

Presión máxima: 50 kg/cm²

415984



Velocidad de arrollamiento 400 m/minuto.

Estiramiento :

Temperatura 130° C

medio vapor

5. relación de estiramiento 1 : 5.

Las fibras obtenidas demostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10. Las fibras teñidas resultaron de buena solidez a la luz y buena resistencia al lavado y al frote.

10. EJEMPLO 14

Se mezclaron 40 g de una poliamida básica (obtenida por reacción de 55,5 g (0,3 moles) de dodecilamina, 111,8 g (1,3 moles) de acrilato de metilo y 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina) con 960 g de polipropileno (índice de fusión = 22,5; cenizas = 0,009%; residuo después de la extracción heptánica = 97,2 %).

Se extruyó la mezcla a 220°C y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones operativas siguientes :

20. Hilatura :

Temperatura del tornillo 235° C

Temperatura del cabezal extrusor 235° C

Temperatura de la hilera 240° C

Hilera de : 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud

25.

presión máxima 52 kg/cm²

velocidad de arrollamiento 400 m/min.

Estiramiento :

Temperatura 130° C

415984



medio	vapor
relación de estiramiento	1 : 5

Las fibras obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10. Las fibras así teñidas resultaron de buena solidez a la luz y buena resistencia al lavado y al frote.

EJEMPLO 15

Se mezclaron 50 g de poliamida básica (obtenida por reacción de 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina, 130 g (1,3 moles) de metacrilato de metilo y 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina) con 950 g de polipropileno que tenía un índice de fusión de 22,5, un contenido de cenizas de 0,009% y un residuo después de extracción heptánica de 97,2%.

Se extruyó la mezcla a 210° C y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones operativas siguientes :

Hilatura :

Temperatura del tornillo	230° C
Temperatura del cabezal extrusor	235° C
Temperatura de la hilera	240° C
Hilera :	de 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud
presión máxima	50 kg/cm ²
velocidad de arrollamiento	400 m/minuto

Estiramiento :

temperatura	130° C
medio	vapor
relación de estiramiento	1 : 5.



Las fibras así obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10. Las fibras teñidas resultaron de buena solidez a la luz y buena resistencia al lavado y al frote.

5.

EJEMPLO 16

- Se mezclaron 40 g de una poliamida básica (obtenida por reacción de 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina, 111,8 g, (1,3 moles) de acrilato de metilo, 64,5 g (0,5 moles) de N-(2-aminoetil)-piperacina y 94,5 g (0,5 moles) de tetraetilenpentamina) con 960 g de polipropileno que tenía un índice de fusión de 22,5, un contenido de cenizas de 0,009% y un residuo después de extracción heptánica de 97,2%. Se extruyó esta mezcla a 220°C y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones operativas siguientes :

15.

Hilatura :

Temperatura del tornillo	240° C
Temperatura del cabezal extrusor	240° C
Temperatura de la hilera	245° C

20.

Hilera : de 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud

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

Estiramiento :

25.

Temperatura	130° C
medio	vapor
relación de estiramiento	1 : 5

Las fibras obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10. las fibras

415984

- 22 -



teñidas resultaron de buena solidez a la luz y buena resistencia al lavado y al frote.

EJEMPLO 17

- Se mezclaron 50 g de una poliamida básica (obtenida por reacción de 80,7 g (0,3 moles) de octadecilamina, 11,8 g (1,3 moles) de acrilato de metilo y 60 g (1 mol) de etilendiamina) con 950 g de polipropileno que tenía un índice de fusión de 22,5, un contenido de cenizas de 0,009% y un residuo después de extracción heptánica de 97,2%.
10. Se extruyó esta mezcla a 220°C y el granulado obtenido se transformó en fibras en las condiciones operativas siguientes:

Hilatura:

- | | | |
|-----|----------------------------------|--|
| | Temperatura del tornillo | 235° C |
| 15. | Temperatura del cabezal extrusor | 235° C |
| | Temperatura de la hilera | 240° C |
| | Hilera : | de 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm de longitud |
| | presión máxima | 50 kg/cm ² |
| 20. | velocidad de arrollamiento | 400 m/minuto. |

Estiramiento:

- | | | |
|--|--------------------------|--------|
| | Temperatura | 130° C |
| | medio | vapor |
| | relación de estiramiento | 1:5 |

25. Las fibras obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10.

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

EJEMPLO 18

415984



5. Se mezclaron 40 g de una poliamida básica (obtenida por reacción de 53,8 g (0,2 moles) de octadecilamina, 103,2 g (1,2 moles) de acrilato de metilo y 129 g (1 mol) de N-(2-aminoetil)-piperacina) con 960 g de polipropileno que tenía un índice de fusión de 22,5, un contenido de cenizas de 0,009% y un residuo después de extracción heptánica de 97,2%.

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

Hilatura :

Temperatura del tornillo	235° C
Temperatura del cabezal extrusor	240° C
Temperatura de la hilera	245° C

15. Hilera : de 60 agujeros de 0,8 mm de diámetro y 16 mm. de longitud

presión máxima :	50 kg/cm ²
velocidad de arrollamiento :	400 m/min.

Estiramiento :

20. Temperatura 130° C

medio	vapor
relación de estiramiento	1 : 5

25. Las fibras obtenidas mostraron buena afinidad para los colorantes reseñados en el Ejemplo 10. Las fibras teñidas resultaron de buena solidez a la luz y buena resistencia al lavado y al frote.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivin-

415984

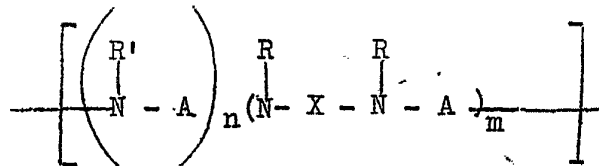


16 JUN. 1973

dicaciones, como divisionales de la solicitud de patente española nº 384.115 depositada el 30 de Septiembre de 1970, con prioridad de la solicitud de patente italiana nº 22.830 A/69 del 2.10.69.

5. 1. Procedimiento para la preparación de fibras textiles tingibles, caracterizado por:

10. a) hilarse en fusión la composición constituida por una poliolefina cristalina y l a 25% de poliamidas básicas del tipo en que su cadena polimérica comprende unidades monoméricas (iguales o diferente entre si) de fórmula general



15. donde

R representa hidrógeno o alquilo, arilo o cicloalquilo;

20. X es un radical bivalente alifático, cicloalifático, aromático o heterocíclico que, además de carbono e hidrógeno, puede contener nitrógeno en forma de grupos amínicos secundarios o terciarios o heteroátomos tales como O, S y P, y que con uno de los R puede ser parte de un anillo heterocíclico

25. A es un radical bivalente del tipo $-\text{CH}_2-\underset{\substack{| \\ Y}}{\text{CH}}-\text{CO}$ (donde Y = hidrógeno o alquilo);

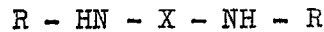
R' es un radical alifático, cicloalifático o aromático que contiene a lo sumo 30 átomos de carbono

415984

- 25 -



- y donde m y n son números por valor de 1 a 99, y eventualmente, hilarse en fusión la composición constituida por la citada poliolefina cristalina con el producto de reacción, no policondensado, de los reactivos utilizados en la formación de las poliamidas y preferentemente constituido por el producto derivado del tratamiento entre un éster acrílico o metacrílico con una amina alifática, cicloalifática o aromática de 30 átomos de carbono a lo sumo, y con una o más poliaminas del tipo
- 5.
- 10.



(donde R y X tienen el mismo significado expresado antes), y

15. b) estirarse el hilo obtenido y estabilizarse térmicamente.

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado en que la poliolefina cristalina es polipropileno constituido fundamentalmente por macromoléculas isotácticas o copolímeros cristalinos de etileno/propileno con contenido prevalentemente de propileno.
- 20.

3. Procedimiento para la preparación de fibras textiles tingibles.

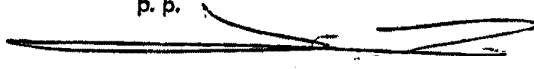
- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 25 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.
- 25.

Madrid, a 16 Junio 1973

P. a.

JAIME ISERN

p. p.



Firmado: JOSE F. NIETO