



BREVET D'INVENTION

N° 901.310

Classif. Internat.: D01F-C08K

Mis en lecture le:

16 -04- 1985

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

LE Ministre des Affaires Economiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention**Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle**Vu le procès-verbal dressé le 19 décembre 1984 à 10 h 15*

au Service de la Propriété industrielle

ARRÊTE :

Article 1. - Il est délivré à la Sté dite : LABOFINA S.A.
Zoning Industriel, 6520 Feluy

repr. par Mr. F. Leyder c/o Labofina S.A. Siège de Feluy
Zoning Industriel, 6520 Feluy

un brevet d'invention pour Composition antistatique pour fibres synthé-
tiques

qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une demande de brevet
déposée au Grand-Duché de Luxembourg le 22 décembre 1983,
n° 85156

Article 2. - Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit
de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans
préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et
éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 15 janvier 19 85

PAR DELEGATION SPECIALE

le Directeur

L. WUYTS

901310

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

La Société dite : LABOFINA S.A.

MEMOIRE DESCRIPTIF
déposé à l'appui d'une

formée par

pour

COMPOSITION ANTISTATIQUE POUR FIBRES SYNTHETIQUES

Inventeurs : Messieurs Michel DAUMERIE et Claude PALATE

Priorité de la demande de brevet déposée au Grand Duché de Luxembourg
le 22 décembre 1983 sous le n° 85156 au nom de la Demanderesse.



COMPOSITION ANTISTATIQUE POUR FIBRES SYNTHETIQUES

La présente invention se rapporte à une composition de matière utilisée pour améliorer les propriétés antistatiques des fibres synthétiques, et en particulier les fibres de polypropylène.

Il est bien connu que les fibres synthétiques et notamment les fibres de polypropylène doivent avoir de bonnes propriétés antistatiques afin d'éviter de nombreux désagréments lors de la mise en oeuvre de ces fibres.

Lors de la production de fibres synthétiques, on étire les filaments de polymère, on les texturise, c'est-à-dire qu'on leur donne un certain volume, notamment en faisant onduler le filament. Ceux-ci sont ensuite coupés en brins d'environ 3 à 6 cm de longueur qui sont ensuite stockés sous forme de balles.

Ensuite, lors du cardage, on sépare les fibres d'une manière très poussée pour éviter la formation d'agglomérats. Cette opération se déroule dans des machines dont les peignes tournant à grande vitesse provoquent l'apparition de charges électrostatiques sur les fibres synthétiques. Les fibres cardées et chargées électrostatiquement sont alors déposées en tapis sur une bande transporteuse. Le tapis de fibres passe ensuite entre les cylindres chauffés d'une calandre qui a pour but d'écraser le tapis et de thermosouder les fibres par points. La vitesse de rotation des cylindres ainsi que la température élevée de ceux-ci ne font qu'accroître la quantité d'électricité statique emmagasinée par les fibres.

L'étoffe non-tissée ainsi obtenue est ensuite enroulée pour être transformée ultérieurement.

C'est lors de l'enroulage que les désagréments les plus importants sont rencontrés lorsque l'on utilise des fibres synthétiques n'ayant subi aucun

traitement en vue de leur procurer des propriétés antistatiques. Les rouleaux d'étoffe non-tissée sont alors très fortement chargés d'électricité statique. Ceci se révèle très gênant à cause des fortes décharges électriques qui touchent le personnel occupé à cet endroit, ces décharges étant très douloureuses. De plus, ces décharges constituent un risque important lorsqu'elles se produisent en un lieu où des gaz ou des mélanges de gaz inflammables ou explosifs sont présents. Un autre problème, peut-être moins dangereux, mais tout aussi gênant, réside dans l'accumulation de poussière sur les rouleaux d'étoffe.

De plus, l'électricité statique emmagasinée sur les tissus non-tissés peut encore causer des désagréments identiques lors des étapes ultérieures de transformation de ces tissus, ainsi que d'autres inconvénients comme notamment le fait de gêner ou de ralentir le déroulement des opérations, par exemple en causant une mauvaise disposition des pièces de tissus lors du découpage.

On a déjà proposé d'utiliser des produits donnant des propriétés antistatiques aux fibres synthétiques, comme les dérivés aminés, les sels d'ammonium quaternaire et d'autres encore comme le monostéarate de glycérol, le monolaurate de sorbitol éthoxylé, ou le stéarate d'hexaglycol éthoxylé. A titre d'exemples de composés connus, on peut encore citer l'hydroxypropionate de hydroxyéthyl-dodécyl-oxypropylamine ou le chlorure de stéaryl polyéther acétal ammonium.

Ces composés sont introduits à l'extrusion en mélange avec la matière polymérique. Cependant, ces produits utilisés à des concentrations supérieures à 0,3% en poids par rapport au polymère, n'ont donné que très peu de résultats significatifs.

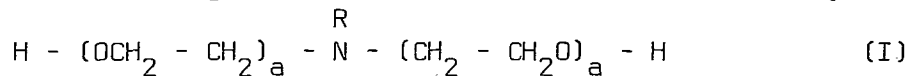
La présente invention a pour but d'éliminer les inconvénients cités ci-dessus et qui sont liés à la présence d'électricité statique.

La présente invention a pour objet une composition de matière permettant de donner aux fibres synthétiques des propriétés antistatiques nettement améliorées.

La présente invention a pour objet une composition de polypropylène utilisée pour la fabrication de fibres et ayant des propriétés antistatiques améliorées. La composition de polypropylène de l'invention, ayant des propriétés antistatiques améliorées et utilisée pour la fabrication de fibres est caractérisée en ce qu'elle comprend en plus du polypropylène un mélange de mono-

2

stéarate de glycérol et d'une amine tertiaire éthoxylée de formule générale



dans laquelle a est un nombre entier variant entre 1 et 5 et R est un radical alkyl ayant de 12 à 18 atomes de carbone.

Le polypropylène utilisé dans la composition de l'invention est un homopolymère cristallin de propylène, pouvant éventuellement contenir des agents nucléants.

Ce polypropylène cristallin est obtenu par polymérisation en présence d'un catalyseur stéréospécifique.

Le polypropylène obtenu peut se présenter sous la forme d'une poudre ou de granulés.

La composition de l'invention contient en plus des additifs anti-oxydants usuels, un mélange d'additifs antistatiques particuliers. Ces additifs peuvent être ajoutés au polypropylène, en poudre ou en granulés, lors de son extrusion pour en former des fibres, ou à tout autre moment avant cette extrusion.

La Demanderesse a maintenant trouvé que lorsque l'on utilise comme additifs antistatiques le monostéarate de glycérol et une amine tertiaire éthoxylée de formule générale (I), ces deux additifs donnent un effet de synergie important en vue de l'amélioration des propriétés antistatiques.

L'effet de synergie de ces deux additifs est d'autant plus inattendu que lorsqu'ils sont utilisés seuls, à des concentrations même supérieures à celles utilisés dans la présente invention, les propriétés antistatiques des fibres formées restent extrêmement faibles.

Généralement, on utilise de 0,15 à 1% en poids de monostéarate de glycérol, basé sur le poids de polypropylène et de 0,05 à 1% en poids de l'amine tertiaire éthoxylée de formule générale (I), basé sur le poids de polypropylène.

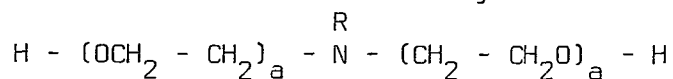
Lorsque l'on utilise des quantités d'un agent antistatique inférieures à celles prévues ci-dessus, on n'obtient pas l'effet recherché. D'autre part, des quantités supérieures à 1% en poids de chacun des additifs peuvent être utilisées mais sans pour autant en apporter des avantages significatifs.

Bien que dans les compositions de l'invention l'on puisse utiliser du monostéarate de glycérol pur, il est entendu que pour des raisons de coût et de disponibilité commerciale on utilise un mélange comprenant du mono et du di-

js

stéarate de glycérol, la proportion de monostéarate dans ce mélange étant comprise entre 40 et 90% en poids.

Le second additif antistatique utilisé dans les compositions de l'invention, est une amine tertiaire éthoxylée de formule générale



dans laquelle a est un nombre entier compris entre 1 et 5 et R est un radical alkyle comprenant de 12 à 18 atomes de carbone.

Ce type de produit est généralement obtenu en partant d'une coupe d'amines primaires en $C_{12} - C_{18}$ et en effectuant l'éthoxylation de celle-ci pour former l'amine tertiaire correspondante.

Bien que le plus souvent, on parte d'une coupe d'amines primaires en $C_{12} - C_{18}$ il est entendu que l'on peut également partir d'amines primaires pures dont le radical alkyle contient de préférence 12 atomes de carbone.

Le nombre de moles d'oxyde d'éthylène contenu dans l'amine tertiaire est exprimé par le nombre a qui est compris entre 1 et 5, mais pour des questions de disponibilité, on utilise surtout l'amine tertiaire contenant 2 moles d'oxyde d'éthylène, c'est-à-dire dans laquelle $a = 1$.

Les exemples suivants sont donnés afin de mieux illustrer la présente invention, sans pour autant en limiter la portée.

Exemple 1

Dans une extrudeuse, on a mélangé 100 parties en poids de polypropylène ayant un indice d'écoulement de 25 g/10 min avec 0,15 partie en poids d'un antioxydant usuel, 0,15 partie en poids de N,N'bis (2-hydroxyéthyl) $C_{12} - C_{18}$ amine, 0,30 partie en poids de monostéarate de glycérol de qualité commerciale ayant une teneur de 40% en monostéarate.

Afin de déterminer les propriétés antistatiques des compositions préparées ci-dessus, on a injecté des plaquettes de dimensions 168 x 98 x 4 mm. On a frotté ces plaquettes avec un tissu de laine pendant une minute, et on a mesuré la variation du champ électrique ainsi établi au cours du temps.

Pour la commodité dans l'expression des résultats, on a exprimé les valeur du champs électrique en unités arbitraires, la valeur 100 étant attribuée aux compositions ne contenant aucun additif antistatique, la valeur 0 correspondant à une absence de charges électriques sur la plaquette testée, ce qui se traduit par une déflexion nulle de l'aiguille du voltmètre.

Une valeur très faible du champ électrique indique un écoulement

js

rapide des charges électriques et caractérise donc les matériaux appropriés pour la présente invention.

Les pièces injectées avec la composition ci-dessus ont donné les résultats suivants :

valeur du champ électrique après

2 minutes : 3,4

4 minutes : 1,4

10 minutes : 0

20 minutes : 0

Exemple 2

Dans une extrudeuse, on a mélangé 100 parties en poids de polypropylène ayant un indice d'écoulement de 25 g/10 min avec 0,15 partie en poids d'un antioxydant usuel, 0,30 partie en poids de N,N'bis (2 - hydroxyéthyl) C₁₂ - C₁₈ amine et 0,30 partie en poids de monostéarate de glycérol de qualité commerciale ayant une teneur de 40% en monostéarate.

On a déterminé les propriétés antistatiques de cette composition en utilisant la méthode décrite à l'exemple 1.

Les pièces injectées avec cette composition ont donné les résultats suivants :
valeur du champ électrique après

2 minutes : 3,2

4 minutes : 1,3

10 minutes : 0

20 minutes : 0

Cette composition a été également utilisée pour la fabrication de fibres. Les rouleaux d'étoffe non-tissée n'ont donné lieu à aucune décharge électrique significative, comme c'était le cas avec les additifs antistatiques usuels.

A titre de comparaison, on a préparé une composition en mélangeant 100 parties en poids de polypropylène ayant un indice d'écoulement de 25 g/10 min avec 0,15 partie en poids d'un antioxydant usuel, 0,60 partie en poids de N,N'bis (2 - hydroxyéthyl) C₁₂ - C₁₈ amine.

Les propriétés antistatiques des plaquettes obtenues au départ de cette composition étaient les suivantes :

valeur du champ électrique après :

2 minutes : 63,2

4 minutes : 63,2

Handwritten signature

901310

- 6 -

10 minutes : 63,2

20 minutes : 63,2

La valeur élevée ainsi que la constance de cette valeur au cours du temps montrent clairement les faibles propriétés électrostatiques de cette composition

A titre de comparaison, on a préparé une composition en mélangeant 100 parties en poids de polypropylène ayant un indice d'écoulement de 25 g/10 min avec 0,15 partie en poids d'un antioxydant usuel et 0,60 partie en poids de monostéarate de glycérol de qualité commerciale ayant une teneur de 40% en poids de monostéarate.

Les propriétés antistatiques des plaquettes obtenues avec cette composition étaient les suivantes :

valeur du champ électrique après

2 minutes : 18,4

4 minutes : 9,2

10 minutes : 2,6

20 minutes : 2,1

On constate que la valeur du champ électrique est toujours beaucoup plus élevée que dans les compositions de l'invention et qu'en plus il y a toujours une certaine quantité d'électricité statique résiduelle, ce qui conduit nécessairement à la formation de décharge lors du traitement des fibres.

Exemple 3

Dans une extrudeuse, on a mélangé 100 parties en poids d'un polypropylène ayant un indice d'écoulement de 25 g/10 min avec 0,15 partie en poids d'un antioxydant usuel, 0,40 partie en poids de monostéarate de glycérol de qualité commerciale ayant une teneur de 60% de monostéarate et 0,60 partie en poids de N,N'bis (2 - hydroxyéthyl) C₁₂ - C₁₈ amine.

On a déterminé les propriétés antistatiques des plaquettes obtenues au départ de cette composition, en utilisant la méthode décrite à l'exemple 1.

Valeur du champ électrique après :

2 minutes : 2,9

4 minutes : 1,1

10 minutes : 0

20 minutes : 0

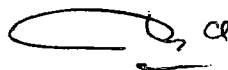
Ces résultats montrent très bien la supériorité et l'effet de synergie des additifs de l'invention.

PS

R E V E N D I C A T I O N S

- 1) Composition de polypropylène utilisée pour la fabrication de fibres et ayant des propriétés antistatiques améliorées, caractérisée en ce qu'elle comprend en plus du polypropylène, un mélange de monostéarate de glycérol et d'une amine tertiaire éthoxylée de formule générale
$$H - (CH_2O - CH_2)_{\underline{a}} - N^R - (CH_2 - CH_2O)_{\underline{a}} - H \quad (I)$$
dans laquelle $\underline{a}$ est un nombre entier variant entre 1 et 5 et R un radical alkyle ayant de 12 à 18 atomes de carbone.
- 2) Composition de polypropylène selon la revendication 1 caractérisée en ce qu'elle contient de 0,15% à 1% en poids de monostéarate de glycérol et de 0,05% à 1% en poids de l'amine tertiaire éthoxylée de formule générale (I), les pourcentages en poids étant basés sur le poids de polypropylène.
- 3) Composition de polypropylène selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le monostéarate de glycérol présent consiste en un mélange de monostéarate et de distéarate de glycérol dans lequel la proportion de monostéarate est comprise entre 40 et 90% en poids.
- 4) Composition de polypropylène selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisée en ce que l'amine tertiaire éthoxylée utilisée est représentée par la formule générale (I) dans laquelle $\underline{a} = 1$ et R est un radical alkyle ayant de 12 à 18 atomes de carbone.
- 5) Fibres de polypropylène ayant des propriétés antistatiques améliorées, et obtenues à partir d'une composition définie dans l'une quelconque des revendication précédentes.

Bruxelles, le 19 décembre 1984,
Par Pon de la Société dite LABOFINA S.A.



h