



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

D017, 7/02

Nr 45741

Kl. 29 B, 3/70

Montecatini Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica
Mediolan, Włochy

Sposób wytwarzania włókien szczególnie podatnych do barwienia z mieszanin na podstawie krystalicznych poliolefin

Patent trwa od dnia 11 stycznia 1960 r.

Pierwszeństwo: 15 stycznia 1959 r. (Włochy)

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania włókien szczególnie podatnych do barwienia z mieszanin na podstawie krystalicznych poliolefin.

We francuskich opisach patentowych nr 1.190.703, nr 1.175.843, nr 1.225.086 i nr 1.230.992 podano różne sposoby otrzymywania włókien tekstylnych, o szczególnej podatności na barwienie, z poliolefin wytworzonych za pomocą stereospecyficznych katalizatorów.

Bardziej szczegółowo te sposoby można podzielić na 4 następujące klasy:

1. Wytwarzanie włókien z mieszanin. Poliolefiny miesza się z innymi żywicami (żywicami epoksydowymi, poliamidami, poliestrami i tym podobnymi) zdolnymi do uczynienia włókien podatnymi na barwienie i mieszaniny przedzie się zwykle stosowaną techniką przedziałniczą.

2. Szczepienie zdolnych do reakcji monomerów we włókna. Włókna poliolefinowe, w obecności zdolnych do reakcji monomerów traktuje się czynnikami katalizującymi polimeryzację tych

monomerów, które w ten sposób są związane z włóknami zgodnie z mechanizmem polimeryzacji szczepiącej.

Jako zdolne do reakcji monomery stosuje się na ogół monomery winylowe (akrylonitryl, styren, estry winylowe, winylopirydyny, izopropylpirydyny, monomery zawierające azot i monomery o właściwościach kwasu).

3. Mieszanie poliolefin z różnymi monomerami przed przedzeniem. Poliolefiny dodaje się z monomerami winylowymi, monomerami kwasowymi i tym podobnymi przed przedzeniem i następnie mieszaninę poddaje się zwykłym procesom technologicznym wytwarzania włókien tekstylnych.

4. Chemiczne traktowanie włókien. Poliolefinowe włókna są poddawane sulfonowaniu. Sulfonowane włókna poddaje się następnie aminowaniu.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymania włókien, szczególnie podatnych na bar-

wienie, otrzymanych przez wytłaczanie mieszanin zasadniczo na podstawie poliolefin.

Stwierdzono, że włókna tekstylne o szczególnej podatności na barwienie (szczególnie na barwniki kwasowe), można otrzymać przez mieszanie poliolefin z 1–20% chlorowcowego związku alifatycznego, przedzenie tak otrzymanej mieszaniny i następnie poddawaniu włókien działaniu związkami aminowymi lub iminowymi. Do tego celu można stosować wszystkie chlorowcowe związki zdolne do reakcji, mianowicie:

dwuchloroetylen
1, 2-dwuchloropropan
1, 2, 3-trójdychloropropan
dwuchlorobutan
trójdychlorobutan
dwuchloropentan
dwuchlorohexan
dwubromohexan
trójdychlorohexan

a jako aminy i iminy:
etylenodwuaminę
trójmetylenodwuaminę
dwyetylenotrójaminy
czteroetylenopentaminę
etylenoiminę
polietylenoiminę

Chlorowcowe związki powinny mieć temperaturę wrzenia nie niższą od 120°C w celu uniknięcia całkowitego odparowania w trakcie przedzenia; przez prowadzenie procesu pod odpowiednim ciśnieniem jest jednakże możliwe uniknięcie wyparowania niskowrzących związków.

Działanie aminy lub iminy na włókna otrzymane z mieszanin poliolefin ze związkami chlorowcowymi prowadzi się korzystnie przez traktowanie włókien wrzącymi wodnymi roztworami aminy lub iminy przez czas od paru sekund do 2 lub 3 godzin, w zależności od zdolności do reagowania stosowanej aminy. Stosowanie wodnych roztworów aminy w wysokich temperaturach jest korzystne, ponieważ woda tworzy na ogół mieszaniny azeotropowe (które można usuwać łatwiej) z chlorowcowymi związkami; te roztwory w połączeniu z temperaturą powodują pęcznienie włókna i wskutek tego następuje głębokie aminowanie wewnątrz włókna. Godną uwagi korzyść daje możliwość przedzenia mieszanin poliolefin z pochodnymi chlorowcowymi w temperaturach na ogół niższych od normalnie stosowanych przy stopach przedziałniczych z samych poliolefin.

Następujące przykłady wyjaśniają wynalazek bez ograniczania go.

Przykład I. Stosuje się polipropylen o następujących właściwościach:

lepkość istotna (η) 1,23
zawartość popiołu 0,2%

Pozostałość po ekstrakcji heptanem 85,6%, przy czym z 9 kg takiego polipropylenu i 1 kg dwuchloroetanu wytwarza się mieszaninę w temperaturze pokojowej w aparacie typu Wernera.

Mieszaninę przedzie się w aparacie do stopu przedziałniczego w głównej temperaturze przedzenia 170°C. Włókno rozciąga się w stosunku 1:5 w temperaturze 120°C, po czym ucina się stapel, wprowadza się go do wodnego roztworu etylenodwuaminy (10% roztwór), przy stosunku włókna do kąpieli 1:30; po ogrzewaniu do wrzenia w ciągu 30 minut stapel płucze się i suszy. Włókna barwione kwasowymi barwnikami posiadają kolor bardzo intensywny i bardzo trwały.

Przykład II. Stosując polipropylen o następujących właściwościach:

lepkość istotna (η) 1,24
pozostałość po ekstrakcji heptanem 96,2%
zawartość popiołu 0,03%

wytwarza się mieszaninę z 9,5 kg polipropylenu i 0,5 kg 1, 2, 3-trójdychloropropanu, w temperaturze pokojowej. Tę mieszaninę przedzie się w głównej temperaturze przedzenia 170°C. Włókna w postaci motków traktuje się 20%-owym roztworem wodnym dwuetylenotrójaminy w temperaturze 95°C w ciągu 60 minut, przy stosunku włókna do kąpieli 1:20.

Następnie włókna płucze się, rozciąga w stosunku 1:5 w temperaturze 120°C i poddaje się zwykłym operacjom wykończającym. Po zabarwieniu barwnikami kwasowymi włókna mają kolor o dobrej intensywności i trwałości.

Przykład III. Stosując polipropylen o następujących właściwościach:

lepkość istotna (η) 1,32
pozostałość po ekstrakcji heptanem 94,3%
zawartość popiołu 0,06%

wytwarza się mieszaninę z 8,5 kg polipropylenu i 1,5 kg 1, 2, 3-trójdychloropropanu w temperaturze pokojowej. Tę mieszaninę przedzie się w głównej temperaturze przedzenia 170°C. Włókno następnie rozciąga się w stosunku 1:5 w temperaturze 120°C, tworzy się motki, które ogrzewa się do temperatury 95°C w ciągu 1 godziny w 25%-owym roztworze wodnym polietylenoiminy w stosunku włókna do łaźni 1:20.

Włókna podane barwieniu następującymi kwasowymi barwnikami zachowują intensywność i trwałość kolorów:

żółcień kwasowa 2 G
nowamina — czerwień B
i błękit alizarynowy ACF

Przykład IV. Stosując polipropylen o następujących właściwościach:

lepkość istotna (η)	1,14
pozostałość po ekstrakcji heptanem	95,4%
zawartość popiołu	0,6%

przygotowuje się mieszaninę z 9 kg polipropylenu i 1 kg 1,2-dwuchloropropanu, w temperaturze pokojowej. Mieszaninę przedzie się w głównej temperaturze przedzenia 160°C. Otrzymane włókna przepuszcza się (w ciągu 10 minut) przez zbiornik zawierający 50%-owy wodny roztwór czteroetylenopentaminy, w temperaturze 95°C. Następnie rozciąga się je w stosunku 1:5, w temperaturze 120°C.

Włókna barwią się intensywnie trwałymi kolorami przy zastosowaniu kwasowych barwników.

Przykład V. Stosując polipropylen o następujących właściwościach:

lepkość istotna (η)	1,04
pozostałość z ekstrakcji heptanem	95,6%
zawartość popiołu	0,066%

przygotowuje się mieszaninę z 8 kg polipropylenu i 2 kg 1,4-dwuchlorobutanu, w temperaturze pokojowej. Tę mieszaninę przedzie się w głównej temperaturze przedzenia 155°C. Włókna przepuszcza się (w ciągu 10 minut) przez zbiornik zawierający 50%-owy roztwór wodny etylenodwuaminy, w temperaturze 95°C. Następnie rozciąga się w stosunku 1:5, w temperaturze 120°C. W ten sposób otrzymane włókna barwią się kwasowymi barwnikami intensywnie i trwale.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania włókien szczególnie podatnych do barwienia z mieszanin na podsta-

wie poliolefin znamieny tym, że przygotowuje się w temperaturze pokojowej mieszaninę składającą się z poliolefin i chlorowcowego związku alifatycznego, mieszaninę tę stapia się i tłoczy z niej włókna na gorąco, przy czym otrzymane włókna poddaje się przed lub po rozciąganiu działaniu aminy lub iminy zdolnej do reakcji ze związkiem chlorowcowym.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako poliolefinę stosuje się krystaliczny polipropylen, wytworzony za pomocą stereospecyficznego katalizatora.
3. Sposób według zastrz. 1—2, znamieny tym, że stosuje się mieszaninę wyjściową, składającą się z 80 — 99% krystalicznego polipropylenu i 20 — 1% związku chlorowcowego.
4. Sposób według zastrz. 3, znamieny tym, że jako związek chlorowcowy stosuje się dwuchloro i dwubromoheksan, dwuchloro- i trójchloropropan, dwuchloro- i trójchlorobutan, dwuchloro- i trójchloropentan, dwuchloro- i trójchlorohexan same lub w mieszaninie ze sobą.
5. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że aminowanie włókien prowadzi się na gorąco, przed lub po rozciąganiu, korzystnie w wodnym roztworze aminy lub iminy, takiej jak etylenodwuamina, trójmetrylenodwuamina, dwuetylenotrójamina, czteroetylenopentamina, etylenoimina, polietylenoimina, samej lub w mieszaninie ze sobą.
6. Sposób według zastrz. 1 i 5, znamieny tym, że aminowanie prowadzi się w sposób ciągły, lub z przerwami w czasie od paru sekund do 3 godzin.

Montecatini Società
Generale per l'Industria
Mineraria e Chimica

Zastępca: mgr Józef Kamiński
rzecznik patentowy