

200512



17 NOV. 1951

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de N.V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH, entidad holandesa, establecida en Velperweg 76, Arnhem, Holanda, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PRODUCTOS ARTIFICIALES TEÑIDOS CON COLORANTES DE TINA ".-

El invento se refiere a la fabricación de productos artificiales teñidos con colorantes de tina, tales como hilos, fibras, cintas, películas y productos similares obtenidos por coagulación y descomposición de una solución alcalina de hilatura, por ejemplo, viscosa.-

5

200512



El invento se refiere en particular a un procedimiento para la fabricación de productos artificiales teñidos con colorantes de tina, en el cual el leuco compuesto soluble en álcali de un colorante de tina, tal como un colorante de indantreno, se disuelve en una solución alcalina de hilatura, por ejemplo, viscosa. La solución obtenida se lleva luego a la forma de los productos, o se hila, siendo el colorante oxidado en los productos durante o después de la formación o hilatura.

De acuerdo con un proceso conocido, el colorante de tina se reduce en un medio alcalino, por ejemplo, en una solución de sosa cáustica, por medio de agentes reductores, por ejemplo, hidrosulfito de sodio. La mezcla obtenida se adiciona como tal a la solución de hilatura, después de lo cual dicha solución se trata a la forma de productos.

Se ha propuesto también añadir el colorante junto con el agente de reducción a la viscosa y efectuar la reducción del colorante al leuco compuesto en la viscosa.

De acuerdo con los procedimientos conocidos, además de las leuco compuestos solubles en álcalis, se obtienen diversas sales en la solución de hilatura, las cuales ejercen una influencia desventajosa sobre la fabricación de los productos y sobre los productos mismos.

De acuerdo con el invento, esto es inconvenientes pueden impedirse en una forma relativamente sencilla.

El procedimiento de acuerdo con el invento se caracteriza porque un leuco compuesto libre purificado, como

200512



tal, se disuelve en la solución alcalina de hilatura, por ejemplo, viscosa, después de lo cual dicha solución se trata a la forma de productos en la manera normal.

5 A fin de obtener el leuco compuesto libre purificado, el colorante de tina se reduce primero. La solución de colorante reducido se acidifica hasta que muestre justamente una reacción ácida; el ácido fórmico o el ácido acético han resultado muy convenientes. A fin de obtener un buen precipitado que sedimente fácilmente y pueda ser separado, el
10 ácido debe añadirse lentamente, por ejemplo, dentro de un tiempo que varíe desde 20 minutos a unas pocas horas, dependiendo de la cantidad que se está tratando, de la forma de agitación, etc. Regulando la adición y la velocidad de la agitación, particularmente en la gama crítica en que cambia
15 el color, pueden conseguirse los mejores resultados en cuanto se refiere al precipitado.

En el caso de que estén presentes agentes humectantes o dispersantes en el colorante de tina original, como es preciso cuando se tiñe con un leuco compuesto coloidalmente
20 dispersado, libre, es necesario eliminar o inactivar dichos agentes. En el caso de que un compuesto de actividad aniónica esté presente como agente dispersante, dicho compuesto puede inactivarse añadiendo una sustancia de actividad catiónica.

25 El precipitado que consiste en el leuco compuesto libre puede purificarse de diversos modos, por ejemplo, por diálisis, pero, con la mayor sencillez, por cuidadoso lavado.

200512



La acción oxidante del oxígeno atmosférico puede eliminarse añadiendo una pequeña cantidad de un agente reductor al agua de lavado (agua previamente acidificada).

5 El depósito del leuco compuesto libre purificado se mezcla luego con agua y se disuelve en viscosa con exclusión de oxígeno atmosférico o bajo nitrógeno libre de oxígeno. La adición y la disolución del leuco compuesto libre purificado mezclado con agua puede hacerse particularmente bien inyectándolo en la solución de hilatura un poco antes de la operación de hilatura.

10

Las ventajas del procedimiento de acuerdo con el invento, tanto en lo que se refiere a la hilatura y a los productos, son numerosas. El leuco compuesto libre purificado es mucho más estable que la sal sódica reducida disuelta.

15 Cuando se trabaja con soluciones reducidas, la más mínima huella de oxígeno puede dar lugar a la formación de partes oxidadas no disueltas que pueden causar perturbaciones en el proceso de hilatura o un teñido desigual. Aunque parecía que los vestigios de oxígeno no dan origen inmediatamente a oxidación indeseada, el leuco compuesto libre purificado se guardará,

20 con preferencia, con exclusión de oxígeno. Como el leuco compuesto libre purificado se disuelve por completo en la solución alcalina de hilatura, no ocurre atascamiento de los orificios de la tobera de hilatura, mientras que el color del producto fabricado con esta viscosa es perfectamente uniforme.

25

Durante la hilatura puede inyectarse en la tubería de hilatura cualquier cantidad deseada de leuco compuesto.

200512



5 Se ha comprobado que en el nuevo procedimiento se requiere menos colorante que en el teñido con pigmentos, para obtener un efecto equivalente. La solidez de los colores es igual a la de los costosos indigsoles. Además, en el procedimiento de acuerdo con el invento, se obtienen productos lustrosos. Si se desea menos lustre, puede añadirse un agente deslustrador además del colorante, en la forma conocida.

10 A fin de aclarar el procedimiento de acuerdo con el invento, se dan a continuación unos cuantos ejemplos que, sin embargo, no han de entenderse como limitadores del invento.

E J E M P L O 1.

Colorantes: Indantreno amarillo oro G.K. - Polvo.-

15 El colorante se redujo en la forma normal, aplicándose las siguientes relaciones de mezcla.

14 grs. de indantreno amarillo oro G.K.

1400 c.c. de agua

42 c.c. de solución de sosa cáustica (38° Bé)

14 grs. de hidrosulfito sódico.

20 El colorante se agitó primero con una pequeña cantidad de agua de 60° C. y luego la pasta se diluyó con agua caliente. Entonces la lejía y el hidrosulfito se añadieron sucesivamente. Después de 15 minutos, el colorante estaba reducido. Luego, el leuco compuesto libre se precipitó añadiendo 50 c.c. de una solución al 34% de ácido fórmico en
25 agua y esta solución se añadió lentamente gota a gota durante

200512



un periodo de 30 minutos. De este modo se obtuvo un precipitado en una forma bien precipitable del leuco compuesto libre, que tenía un color amarillo naranja. Retirando mediante un sifón el líquido de encima del precipitado, añadiendo agua, a la cual se había adicionado una pequeña cantidad de hidrosulfito sódico, agitando y retirando con sifón de nuevo, y repitiendo finalmente estas manipulaciones dos veces, se obtuvo una pasta técnicamente pura; el volumen se completó hasta 200 c.c.

La pasta obtenida se disolvió en la viscosa en una atmosfera de nitrógeno, en tal cantidad que la de colorante fué de 2%, referido a la celulosa. Se obtuvo una viscosa de color rojo burdeos, que se desaireó durante 4 horas y luego se hiló. Al hilar, se obtuvo un hilo que se convirtió en amarillo oro en color cuando se puso en contacto con el aire. La hilatura se realizó de acuerdo con el método normal conocido para el rayón de viscosa. Los ulteriores tratamientos del producto ácido hilado, tales como lavado, etc., se aplicaron de acuerdo con los procedimientos normales. En este caso, los agentes blanqueadores oxidantes usuales efectúan una terminación de la oxidación. Los hilos de color amarillo dorado, muy lustrosos, así obtenidos, se secaron en la forma usual.

EJEMPLO 2.

Colorante: Indantreno pardo BR polvo (I.G.)

Una cantidad de 14 grs. del colorante se agitó con una pequeña cantidad de agua caliente y la pasta se com-

200512



pletó hasta un volumen de 1400 c.c. con agua de 55° C. Luego, se añadieron sucesivamente 140 c.c. de solución de sosa cáustica (19,4% NaOH) y 21 grs. de hidrosulfito sódico. Después de 15 minutos, durante cuyo tiempo la temperatura de la mezcla se mantuvo a unos 50° C., el colorante fué reducido y la solución se acidificó lentamente por medio de 200 c.c. de una solución acuosa de ácido fórmico (ácido fórmico 17%). El precipitado obtenido se separó por filtración y se lavó con agua, a la cual se había añadido una pequeña cantidad de hidrosulfito.

La pasta se diluyó a 200 c.c. y se inyectó en la forma conocida en la tubería de hilatura de un dispositivo para hacer hilos de rayón de viscosa. La hilatura y el acabado ulterior se realizaron del modo normal y el hilo obtenido tenía un color pardo completamente uniforme.

E J E M P L O 3.

Colorante: Indantreno escarlata brillante RK polvo (I.G.)

Una cantidad de 10 grs. del colorante se redujo en la misma forma que en el Ejemplo 1. Se añadieron las sustancias siguientes:

500 c.c. de agua

25 c.c. de lejía (NaOH 19,4%)

5 grs. de hidrosulfito.

La acidificación se realizó con 50 c.c. de una solución de ácido fórmico (ácido fórmico 12%). Los ulteriores tratamientos fueron los mismos que en el Ejemplo 2 y se

200512



obtuvo un producto final de color muy uniforme.

E J E M P L O 4.

Colorante: Indantreno rojo pardo GR polvo (I.G.)

En la misma forma que en el Ejemplo 2, se reduje-
ron 10 grs. del colorante con las cantidades siguientes de
las otras sustancias:

1000 c.c. de agua

50 c.c. de lejía (NaOH 19,4%)

10 grs. de hidrosulfito.

La acidificación se realizó con 100 c.c. de la
solución de ácido fórmico diluido. Después de lavar dos ve-
ces el precipitado filtrado, la pasta obtenida se diluyó a
200 c.c. y se inyectó en viscosa usada para hacer hilos. Lo
mismo que en los otros ejemplos, se consiguieron resultados
muy favorables.

E J E M P L O 5.

Colorante: Verde jade Caledonia XN 300% polvo (I.C.I.)

Este producto comercial resultó contener un agente
dispersante, de modo que fué imposible obtener un buen preci-
pitado después de reducción y acidificación. A fin de inac-
tivar el agente dispersante, se agitaron 20 grs. del coloran-
te con 600 c.c. de agua. Luego se añadieron 150 c.c. de una
solución al 2% de cloruro de lauril piridinio y la mezcla se
calentó al punto ebullición. Después de dejar que la mezcla
reposara durante 4 horas, se filtró y se lavó.

Luego el colorante se redujo con:

200512



600 c.c. de agua

66 c.c. de lejía (NaOH 19,4%)

16 grs. de hidrosulfito.

Después de 15 minutos a 50° C., el colorante estaba reducido
5 y se acidificó con 50 c.c. de ácido fórmico diluido (ácido
fórmico 30%). El leuco compuesto libre sedimentó ahora exce-
lentemente y era técnicamente puro después de lavarlo dos ve-
ces por extracción con sifón y agitación. Se hizo una pasta
del precipitado, la cual dió una solución clara en viscosa y
10 luego la viscosa pudo hilarse a la forma de hilos del modo
conocido.

La viscosa en la cual se había disuelto el coloran-
te como compuesto sódico tenía un color verde oscuro. El hi-
lo que abandonó el baño de hilatura era rojo y dicho color
15 cambió a verde puro cuando entró en contacto con el aire du-
rante el tratamiento ulterior del hilo.

La presente solicitud que corresponde a la presen-
tada en holanda con fecha 2 de febrero de 1.951, bajo el nú-
mero 159.007, se acoge a los beneficios del artículo 51 del
20 vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se pre-

200512.17



sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1º.- Un procedimiento para la fabricación de productos artificiales teñidos con colorantes de tina, tales como hilos, fibras, cintas, películas y similares, en el cual el leuco compuesto soluble en álcali de un colorante de tina se disuelve en una solución alcalina de hilatura, tal como viscosa, la solución obtenida se trata para obtener un producto y en este producto el colorante se desarrolla oxidativamente, 10 caracterizado porque un leuco compuesto libre purificado se disuelve como tal en la solución alcalina de hilatura.

15 2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque la disolución del leuco compuesto libre purificado en la solución alcalina de hilatura tiene lugar inyectando una pasta de dicho compuesto en la solución de hilatura un poco tiempo antes de la hilatura.

3º.- Un procedimiento para la fabricación de productos artificiales teñidos con colorantes de tina.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 17 NOV. 1951

P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder,