

220136



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case Nº D/T.11362.

220136

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para el teñido de esteres lineales muy polimerizados".

====

Solicitantes : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
entidad inglesa, residente en Imperial
Chemical House, Millbank, Londres.

====

Este invento se refiere al teñido de esteres lineales altamente polimerizados, y mas especialmente a los poliesteres aromáticos.

- Los poliesteres aromáticos con que este
5. invento se relaciona, son esteres lineales altamente polimerizados, susceptibles de obtenerse calentando glicoles de la serie $\text{HO(CH}_2\text{)}_n\text{OH}$, en la que n es un número entero superior a 1, pero que no excede de 10, con ácido tereftálico o con un derivado del mismo, for-
10. mador de esteres, por ejemplo un ester alifático (compren-

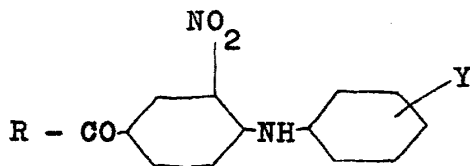


- diendo los cicloalifáticos) o arílicos, un haluro de ácido o una sal de amonio o de amina, en condiciones que den^{por} resultado los esteres en una condición altamente polimerizada. Son ejemplos de dichos esteres lineales
15. altamente polimerizados, los susceptibles de obtenerse partiendo de ácido tereftálico o de un derivado del mismo, formador de esteres, y un glicol etilénico, trimetilénico, tetrametilénico, hexametilénico y decametilénico. Estos poliesteres son de punto de fusión
20. elevado, dificilmente solubles incoloros o casi incoloros y se presentan en forma de materiales que pueden transformarse en filamentos susceptibles de alargarse por estirado convirtiéndose en fibras resistentes y flexibles que examinadas con rayos X, presentan rasgos
25. característicos de orientación molecular a lo largo del eje de la fibra. De estos poliesteres, se prefiere el tereftalato de polietileno por ser facilmente aseguible y por su notable utilidad como material textil.

- En general, estos poliesteres aromáticos gozan
30. de poca afinidad para los tintes y no absorben facilmente líquidos acuosos y, como consecuencia, se tropieza con dificultades para teñirlos de modo satisfactorio, especialmente en forma de artículos altamente orientados.

- Por las Memorias Británicas nº 609.943 y
35. 609,944, se sabe que estos poliesteres aromáticos pueden teñirse y estamparse con tintes dispersados para el rayón de acetato (seda al acetato).

En la Memoria de la Patente Británica nº 696.989 se describen nuevos compuestos de la fórmula



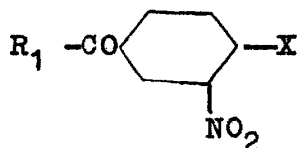
40. en la que R es un grupo alkilo de 1 a 5 átomos de carbono, e Y es un miembro del grupo constituido por éteres alifáticos y radicales amínicos alifático-substituidos que contengan de 1 a 4 átomos de carbono no conteniendo dichos compuestos ningún grupo formador de sales solubles en el agua. Estos compuestos son tintes valiosos para las poliamidas y derivados de celulosa.

Se ha comprobado que los anteriores y algunas otras nitrofenonas tienen una afinidad muy elevada para los poliesteres aromáticos, dando lugar a tintes amarillo, naranja o marrón, brillantes, de gran resistencia a la luz.

- 50.

De acuerdo con este invento, por tanto, se proporciona un procedimiento para colorear poliesteres aromáticos de la índole antes indicada, que comprende el aplicar a los mencionados poliesteres una dispersión acuosa de un compuesto exento de grupos solubilizables en agua y que tiene la fórmula

- 55.



60. en la que R₁ es un radical alkilo, cicloalkilo, aralkilo o arilo, substituido o no, y X es un radical cíclico que tiene un átomo de nitrógeno básico unido por un



enlace monovalente al anillo aromático, y éste último puede contener otros substitutivos.

65. La dispersión acuosa del compuesto, puede aplicarse al poliéster por métodos de teñido o de estampado.

70. El radical cíclico X puede ser aromático, cicloalifático, o heterocíclico y puede tener substitutivos en el anillo, por ejemplo radicales alkilo, alcoxi, arilo, ariloxi, halógeno o anilino.

75. Como ejemplos de compuestos específicos que pueden usarse en el procedimiento de este invento, pueden citarse la 4-p-anisidino-3-nitro-acetofenona, la 4-ciclohexilamino-3-nitro-acetofenona, la 4'-fenil-2-nitro-4-acetil-difenilamina, la 2-nitro-4-acetil-N-bencilamina, la 2-nitro-4-acetil-difenilamina, los compuestos 4^L-metil- y N-metilcompuestos correspondientes y los compuestos 2-metoxi- y 2':5'-dimetoxi- correspondientes.

80. Los compuestos empleados en el procedimientos de este invento pueden prepararse calentando el 3-nitro-4-halogeno-acilbenceno adecuado, por ejemplo, el 3-nitro-4-cloro- o 3-nitro-4-bromo-acilbenceno, con la amina primaria o secundaria apropiada de la serie aromática, cicloalifática o heterocíclica. Los compuestos pueden
85. dispersarse en agua con ayuda de agentes de dispersión por ejemplo, productos de condensación de naftaleno-formaldehido sulfonado, esterés de ácido sulfozuccinico, aceite Rojo-Turco, productos de condensación de alkilfenol-óxido de etileno, jabón y materiales análogos
90. de superficie activa, con o sin coloides protectores tales como dextrina, goma artificial y proteínas solubles



en agua, para mantener el tinte en dispersión. Los tintes si se desea, pueden transformarse en la forma de polvos dispersables.

95. Los compuestos empleados en el procedimiento de este invento, pueden estamparse en los poliesteres aromáticos, por el método descrito en la Memoria de la Patente Británica N^o 609.944 o dedicarse al teñido por el método descrito en la Patente Británica N^o 609.943 empleando un agente de esponjamiento para el poliester aromático como se indica en esa Memoria o empleando otro material "portador" del tinte, por ejemplo, difenilo o o-op-fenilfenol.

105. Los compuestos de nitro-fenona empleados en el procedimiento de este invento, tienen buena afinidad para los poliesteres aromáticos y buena energía tintórea, y son especialmente valiosos para teñir fibras de los poliesteres aromáticos indicados, en unión con otras fibras por ejemplo lana. Dan matices amarillo, naranja, 110. y marrón mas intensos que los tintes amarillos, anaranjados o marrones con anterioridad descritos para usarse con poliesteres aromáticos, y los matices son mas resistentes a la luz.

115. Este invento se aclara, sin limitarse, por los ejemplos siguientes, en los que las partes son ponderales.

EJEMPLO 1.

120. Se mezclan 20 partes de una dispersión al 10% de 4-p-anisidino-3-nitro-acetofenona en agua, con 100 partes de agua fría, y la dispersión así obtenida se añade



a 3000 partes de agua que contengan 1 parte de oleil-sulfato sódico. El líquido de teñido así obtenido, se caliente a 70°C. y se introducen 100 partes de fibra de poliéster "Terileno". El baño de teñido se calienta
125. durante 15 minutos a 98°C. a continuación se añaden 8 partes de una mezcla que contiene 75% de difenilo finamente desmenuzado, y 25% de oleil-sulfato sódico, y se continúa el teñido a 98-100°C. durante otros 75 minutos, Luego se retira la fibra de poliéster "Terileno", se
130. enjuaga bien en agua caliente y se seca. Queda teñida con un matiz amarillo de muy buena inalterabilidad a la luz.

EJEMPLO 2.

Se mezclan 20 partes de una dispersión acuosa
135. al 10% de 4'-fenil-2-nitro-4-acetil-difenilamina con 100 partes de agua fría que contengan 1 parte de oleil-sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua para formar un baño de teñido en el que se tiñe, fibra de poliéster "Terileno", como se describe en el
140. Ejemplo 1, La fibra queda teñida con un matiz amarillo de gran resistencia a la luz.

EJEMPLO 3.

Se mezclan 20 partes de una dispersión acuosa al
10% de 4-ciclohexilamina-3-nitro-acetofenona con 100
145. partes de agua fría que contengan una parte de oleil-sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua para formar un baño de teñido en el que ^{se} tiñe fibra de poliéster "Terileno" tal como se describe en el ejemplo 1. La fibra queda teñida con un matiz amarillo
150. verdoso muy resistente a la luz.

220136

15



EJEMPLO 4.

Se mezclan 20 partes de una dispersión acuosa al 10% de 4'-metil-2-nitro-4-acetil-difenilamina con 100 partes de agua fría que contengan 1 parte de oleil-sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua para formar un baño de teñido en el que se tiñe como se ha descrito en el ejemplo 1 fibra de poliéster "Terileno".

La fibra queda teñida con un matiz rojizo de gran inalterabilidad ante la acción de la luz.

EJEMPLO 5.

Se mezclan 20 partes de una dispersión acuosa al 10% de N-metil-2-nitro-4-acetil-difenilamina con 100 partes de agua fría que contengan 1 parte de oleil-sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua para formar un baño de teñido en el que se tiñe fibra de poliéster "Terileno" como se describe en el ejemplo 1.

La fibra queda teñida con un matiz amarillo rojizo muy resistente a la acción de la luz.

EJEMPLO 6.

Se mezclan 20 partes de una dispersión acuosa al 10% de 2-nitro-4-acetil-difenilamina con 100 partes de agua fría que contengan 1 parte de oleil-sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua, para formar un baño de teñido en el que se tiñe fibra de poliéster "Terileno" como se describe en el ejemplo 1.

La fibra queda en un matiz amarillo muy resistente a la acción de la luz.

EJEMPLO 7.

Se mezcla 20 partes de una dispersión acuosa al 10% de 2-metoxi-2-nitro-4-acetil-difenilamina con 100 partes de agua fría que contenga 1 parte de oleil-



185. sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua para formar un baño de teñido en el que se tiñe fibra de poliéster "Terileno" como se indica en el ejemplo 1.

La fibra queda teñida con un matiz amarillo rojizo muy resistente a la luz.

EJEMPLO 8.

190. Se mezclan 20 partes de una dispersión acuosa al 10% de 2':5'-dimetoxi-2-nitro-4-acetil-difenilamina con 100 partes de agua fría que contengan 1 parte de oleil-sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua para formar un baño de teñido en el que se tiñe, como se ha descrito en el ejemplo 1, fibra de poliéster "Terileno". La fibra queda teñida con un matiz amarillo de gran resistencia a la acción de la luz.

EJEMPLO 9.

200. Se mezclan 20 partes de una dispersión acuosa al 10% de 2-nitro-4-acetil-N-bencil-anilina con 100 partes de agua fría que contengan 1 parte de oleil-sulfato sódico. La dispersión se añade a 3000 partes de agua para formar un baño de teñido en el que se tiñe fibra de poliéster "Terileno" como se describe en el ejemplo 1.

205. La fibra queda teñida con un matiz amarillo verdoso brillante muy resistente a la acción de la luz.

EJEMPLO 10.

Se prepara una pasta de estampar, mezclando entre sí,

210. 10 partes de una dispersión acuosa al 10% de 4-metoxi-4-acetil-2-nitrodifenilamina,
17 partes de agua,
2 partes de p-hidroxidifenil,



65 partes de goma cristal Nafka al 20%, para espesar
215. 5 partes de un agente de mojado, de la clase aceite
de pino, y

1 parte de m-nitrobenceno sulfonato sódico
100 partes

La pasta de estampar anterior, se utiliza
para el estampado en fibra de tereftalato de polietileno.
220. La estampación se seca, se trata por vapor (deslustra)
a la presión atmosférica durante 30 minutos, se lava
en agua fría, luego se trata en una solución jabonosa
al 0,2% durante 5 minutos a 60°C se enjuaga con agua
225. fría y se seca. El estampado obtenido es de matiz amari-
llo y de buena resistencia a la luz.

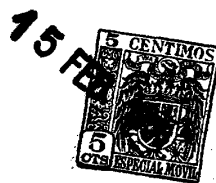
EJEMPLO 11.

Se prepara una pasta para estampar, mezclando
10 partes de una dispersión acuosa al 10% de 4'-metoxi-
230. 4-acetil-2-nitrodifenilamina
19 partes de agua
65 partes de goma cristal Nafka al 20% para espesar
5 partes de un agente de mojado, de la clase aceite de
pino, y

235. 1 parte de m-nitrobenceno sulfonato sódico.

La anterior pasta para estampar, se utiliza
para el estampado en fibra de tereftalato de polietileno.
La estampación se seca, se trata por vapor a la presión
de 0,7 kg/cm² por encima de la presión atmosférica
240. durante 30 minutos, se lava en agua fría, y luego se
trata en una solución jabonosa al 0,2% durante 5 minutos
a 60°C se enjuaga con agua fría y se seca. Se obtiene un
estampado de matiz amarillo muy resistente a la acción
de la luz.

220136



N O T A

245.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que los procedimientos anteriormente indicados son susceptibles de modificaciones de

250.

detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Patente presentada en Inglaterra con fecha 24 de febrero de 1954 nº 5,403 acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en

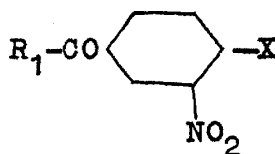
255.

vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para el teñido de esteres lineales muy polimerizados"; caracterizándose por lo siguiente:

260.

1ª.-Procedimiento para el teñido de esteres lineales muy polimerizados, caracterizado por comprender el aplicar a los poliesteres una dispersión acuosa de un compuesto libre de grupos solubilizables en el agua y que tiene la fórmula

265.



en la que R₁ es un radical alkilo, cicloalkilo, aralkilo o arilo, substituido o no-substituido, y X es un radical cíclico con un átomo de nitrógeno básico unido por un enlace de una sola valencia al anillo aromático, y éste puede tener ulteriores substitutivos.

270.

2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el poliester lineal o aromático está en forma de fibra textil.



3º.- Procedimiento, según lo especificado en
275. la reivindicación 2ª, caracterizado porque la fibra de
poliester aromático se encuentra en forma de una mezcla
con otra u otras fibras textiles, especialmente lana.

4º.- Procedimiento para el tejido de esteres
lineales muy polimerizados; tal y como queda substancial-
280. mente descrito en la presente memoria que consta de
once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 FEB. 1955

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GÓMEZ ABEJO Y MODET
F.P.