

226899



226899

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

a favor:

FARBWERKE HOECHST AG. vormals Meister Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, establecida en Frankfurt (M) - Hoechst, República Federal Alemana, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA ESTAMPACION DE MATERIAL TEXTIL DE FIBRAS DE POLIESTERES".

-----  
M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Es sabido que las fibras de poliésteres, por su compacta estructura molecular y la consiguiente capacidad mínima de absorción de humedad, pueden ser teñidas y estampadas sólo con muy grandes dificultades. Como no poseen grupos netamente funcionales, por ejemplo restos ácidos o básicos, quedan desde un principio excluidos todos los colorantes que pueden combinarse con tales grupos, bien por formación de sales, bien por formación de puentes de hidrógeno, como por ejemplo los colorantes ácidos, los colorantes de desarrollo al cromo y similares. En la estampación es decir pues en el teñido local, que se realiza en condiciones esencialmente dis



226899

tintas que el teñido en una solución acuosa diluída, las dificultades son en principio las mismas, de modo que los colorantes de las clases indicadas anteriormente han quedado hasta aquí sin importancia.

15. Para la estampación de fibras de poliésteres han resultado hasta aquí como los más favorables los colorantes llamados de dispersión, tales como los que han sido creados en primer lugar para el teñido y la estampación de seda de acetato. Debido a las especiales características de las fibras de poliésteres que se han mencionado anteriormente, no se han obtenido con estos colorantes, empleando preparados acuosos y las condiciones de vaporizado corrientes en la estampación de tejidos, sino resultados insuficientes.

20. Al teñir fibras de poliésteres en solución acuosa se emplean los llamados "Carrier", es decir agentes que facilitan la penetración del colorante en la fibra. Una transmisión esquemática a las operaciones de estampación de las experiencias adquiridas al teñir fibras de poliésteres con colorantes en dispersión empleando "Carrier" en solución acuosa no es posible. Las condiciones de trabajo específicas de la estampación, por ejemplo el estado físico de los colores, el efecto de los diluentes sobre el colorante y el material de las fibras, las condiciones de fijación, el efecto de los medios y condiciones utilizados en el tratamiento ulterior y otras más tienen que ser cuidadosamente tenidas en cuenta. Estas posibilidades de efecto no existen al teñirse con solución acuosa y con colorantes de seda de acetato.

25. Por consiguiente, al estampador se le plantea el problema de encontrar para la estampación de material textil constituido por fibras de poliésteres un procedimiento que, empleando colorantes de dispersión en las condiciones normales de la estampación y en una sencilla operación de fijación, permita obtener el matiz y el tono normalmente correspondientes a los colorantes, al propio tiempo que



una buena solidez, porque con los colorantes de la clase mencionada no se obtienen al emplear las condiciones corrientes, en el proceso de vaporizado, sino resultados poco satisfactorios. En ello  
45. hay que tener en cuenta que durante el lavado necesario después de la estampación y efectuado convenientemente a elevada temperatura, que se realiza para eliminar agentes químicos, agentes de espesamiento y colorante no fijado, los colorantes no deben correrse ni ensuciar material sin estampar sometido al mismo tratamiento, o puntos  
50. estampados en otros tonos.

Ahora bien, se ha comprobado que al estampar con colorantes en dispersión material textil constituido por -o que contiene- fibras especialmente del tipo de los poliésteres lineales a base de ácidos dicarboxílicos aromáticos, por ejemplo fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol, se obtienen buenos resultados estampan  
55. do el material con un color que contiene, eventualmente en mezcla, uno o varios alcoholes polivalentes o uno o varios derivados del mismo o de los mismos, secándolo y exponiendo el material estampado a la acción de elevadas temperaturas.

60. Como alcoholes polivalentes son de considerar especialmente los alcoholes 2- y 3-valentes, como por ejemplo el glicol, la glicerina, el 1,3- y 1,4-butandiol, el 2-etilhexandiol, el 1,3,5-hexantriol, la pentaeritrita, y además los monosacáridos y sus anhidrocompuestos, como la sorbita, el sorbitano y similares.

65. Como derivados de los alcoholes plurivalentes son de considerar, por ejemplo los éteres de los alcoholes polivalentes. Estos pueden estar constituidos por alcoholes unitarios, por ejemplo los éteres glicólicos, como el diglicol, el triglicol y especialmente el tetraglicol, pentaglicol, etc. Los éteres pueden también ser  
70. obtenidos por combinación de dos distintos alcoholes polivalentes, por ejemplo glicol y glicerina. Además, son adecuados también aque-

226899



75. llos éteres formados por combinación de un alcohol polivalente con un alcohol monovalente, siendo aquí de nombrar especialmente los productos derivados del glicol o de sus éteres, por ejemplo los éteres metílico, etílico, butílico y ante todo el éter docecílico u octadecílico del glicol, del tri-, tetra- o pentaglicol. En lugar de los alcoholes sencillos monovalentes pueden también emplearse para la esterificación alcoholes básicos, como la monoetanolamina, la di- y la trietanolamina. También los alcoholes cicloalifáticos, 80. como el ciclohexanol, son de considerar para la obtención de los productos de esterificación de los alcoholes polivalentes. Además pueden emplearse productos de esterificación a base de fenoles.

85. También pueden emplearse con buenos resultados productos a base de polioxipropileno, oxietilados en ambos extremos de cadena con 2-6 mol aproximadamente de óxido de etileno en cada uno (pluronics). Asimismo son adecuados productos de condensación de óxidos de alquileo con compuestos con átomos de hidrógeno susceptibles de reacción, por ejemplo amidas de ácidos grasos, aminas grasas, mercaptanos, ácidos carboxílicos, etc.

90. Caso que los productos de esterificación anteriormente mencionados de los alcoholes polivalentes contengan aún grupos hidroxilos libres, pueden - como los alcoholes polivalentes mismos - ser esterificados aún con ácidos. También estos compuestos, que se distinguen por su solubilidad más elevada, pueden ser utilizados 95. con buenos resultados para el procedimiento según la presente invención. Para la esterificación pueden emplearse tanto ácidos inorgánicos como ácidos orgánicos. Nómbranse a título de ejemplo: ácido sulfúrico, ácido ortofosfórico, ácido pirofosfórico, así como ésteres condensados de ácidos polifosfóricos aún susceptibles 100. de esterificación, tales como pueden obtenerse por el procedimiento de la Patente nº (solicitud de Patente alemana M 1536 IVc/39c Fw 1111/8), ácido bórico, ácidos mono- y dicarboxílicos alifáticos y aromáticos, como por ejemplo los ácidos grasos, especialmen

226898



105. te los ácidos grasos de más elevado peso molecular, como el ácido laurílico, el ácido palmítico, el ácido oléico, el ácido estearínico, el ácido benzóico, el ácido salicílico, el ácido ftálico, el ácido fenoxiacético y otros más. Como compuestos a considerar que pueden obtenerse de los componentes mencionados anteriormente u otros similares, mencionense a título de ejemplo: carbonato glicólico, sulfito glicólico, glicolclorhidrina, benzoato de diglicol, benzoato de tetraglicol, estearato de glicol, laurato de diglicol, el éster secundario de ácido ortofosfórico y de tetraglicol octadecílico, el correspondiente éster primario, el sulfato de dodecilglicol, y otros más. Los compuestos empleados según el procedimiento
110. de la presente invención son incorporados al colorante de estampación. Después de estampar el tejido y después de un secado intermedio, realizado de manera en sí conocida a temperaturas inferiores a 100%, se realiza la fijación del colorante mediante calentamiento a elevadas temperaturas. Se emplean para ello temperaturas entre unos 140 y 220%. La duración del calentamiento depende de la temperatura y puede oscilar entre fracciones de un minuto hasta varios minutos. Para tejidos de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol se ha comprobado que es conveniente calentar durante unos 30 segundos a 180-200%. A temperaturas más bajas, de por ejemplo 140-160, basta corrientemente una duración de calentamiento de unos 1-3 minutos, lo que sin embargo no excluye, en algunos casos especiales y para obtener efectos particulares, extender la duración del calentamiento a unos 5-10 minutos. Después del calentamiento se enjuaga el tejido estampado, se enjabona a temperatura elevada, de unos 50-80%, se enjuaga y se prepara de la manera corriente.
- 115.
- 120.
- 125.
- 130.

El procedimiento según la presente invención es utilizable no sólo para los productos de condensación indicados corrientemente con el nombre de fibras de poliésteres, constituidos por



135. ácidos polivalentes y alcoholes polivalentes, especialmente del tipo de polímeros de tereftalato de etilenglicol, sino que en el presente caso pueden entenderse con el nombre de poliésteres también tejidos de fibras de triacetato de celulosa.
140. Debido a las grandes diferencias químicas existentes en la estructura de colorantes, incluso dentro de una serie que puede ser considerada cerrada desde el punto de vista colorístico, por ejemplo del grupo de los colorantes de dispersión, y teniendo en cuenta el distinto efecto que también los diluentes contenidos en el color de estampación ejercen sobre la fijación de los colorantes,
145. no es posible establecer una regla general para la elección de los alcoholes polivalentes a considerar según la presente invención, y respectivamente de los derivados de los mismos, así como de las relaciones cuantitativas más adecuadas. Esto no es posible, ante todo, también porque tienen considerable importancia las variaciones adaptadas a los fines prácticos de empleo de la operación de fijación, el tiempo y el efecto de la temperatura. Así, por ejemplo, en muchos casos no habrá que considerar una completa igualdad de estampación, haciendo objetivo principal, en lugar de ella, el mejor aprovechamiento del color. Este es por ejemplo el caso en la estampación de pequeños dibujos. Si, por el contrario, se trata de dibujos de gran superficie que tienen exigencias máximas de igualdad, habrá que renunciar a veces a un completo aprovechamiento de los colorantes. En otros casos, por el contrario, importará una penetración particularmente buena. Aquí se puede, variando los alcoholes y respectivamente derivados correspondientes, obtener el grado de efecto más favorable de acuerdo con los resultados deseados. Así por ejemplo, en lo que concierne al aprovechamiento del colorante y la uniformidad de las estampaciones con colorantes de dispersión sobre fibras de poliésteres, el ortofosfato terciario de un poliglucol de peso molecular medio de aproximadamente 200 se revela parti-
- 150.
- 155.
- 160.
- 165.



- cularmente eficaz y superior al poliglicol correspondiente. Median-  
te esterificación ulterior de dicho fosfato con ácidos grasos de  
elevados pesos moleculares, por ejemplo ácido esteárico de 1 a 3  
mol, es posible aumentar aún más el efecto, pero ante todo elevar  
la lisura del color de estampación. Los productos de oxietilación  
de los alcoholes grasos superiores revelan un análogo comportamien-  
to. Además de uniformidad y aprovechamiento del colorante se reve-  
lan especialmente, cuando los productos son esterificados ulterior-  
mente con ácidos, además de la ventaja de la elevada solubilidad de  
los compuestos, también las de una buena penetración y de un eleva-  
do brillo del color. En lugar de los mencionados compuestos que con-  
tienen el resto de un elevado alcohol graso, pueden también emplear  
se correspondientes productos de reacción de fenoles alquílicos, por  
ejemplo fenoles butílicos o naftoles u otros fenoles sustituidos.  
Mientras que con el vaporado corriente del producto estampado y se-  
cado en el vaporizador en estrella o en una placa Mather (Mather  
Platt) no se obtiene sino un muy pequeño efecto de estampado, se  
obtienen por la acción de un calor seco efectos excelentes, espe-  
cialmente cuando se emplean productos que revelan un bajo grado de  
oxietilación (de unos 3 a unos 4 mol de óxido de etileno). Por la  
ulterior esterificación con ácidos de los productos que contienen  
además un grupo hidróxilo, se dispone de otra posibilidad de varia-  
ción, de modo que mediante una conveniente elección de productos  
pueden satisfacerse los más distintos requisitos. En tanto que los  
derivados mencionados anteriormente posean propiedades de actividad  
superficial, es decir especialmente efectos de emulgación y de dis-  
persión de otras materias, pueden ser combinados con grandísima ven-  
taja con conocidos "Carrier" que son en sí insolubles y sólo difi-  
cilmente distribuibles en el color de estampación. Por "Carrier"  
tienen que entenderse aquí sustancias que permiten una mejor pene-  
tración de los colorantes en las fibras de poliéster, desempeñan-



- do un importante papel en el teñido de las fibras. Menciónense a título de ejemplo los siguientes: ácido salicílico, fenol o- y p-fenílico, monoclorobenzol, cloronaftalina, ésteres alifáticos o arílicos del ácido benzoico, por ejemplo sus ésteres metílico, fenílico, bencílico y otros similares. Así, por ejemplo, por combinación del éster bencílico del ácido benzoico insoluble en agua con el éter octaglicólico del alcohol oleílico puede obtenerse un carrier muy eficaz para la estampación. Lo mismo vale por ejemplo para una combinación de éster 2-naftílico del ácido benzoico y de tetralina. El éter oléico (octadecilénico) del octaglicol mencionado actúa para ambos productos como un excelente agente de dispersión. También otros medios auxiliares pueden ser reforzados en su efecto mediante los compuestos mencionados, provistos de actividad superficial, de la serie a considerar para el procedimiento de la presente invención. Esto vale, por ejemplo, para el empleo simultáneo de alcoholes de elevado peso molecular de la serie de los grasos o de sus ésteres sencillos, como por ejemplo el alcohol laurílico o sus ortofosfatos primarios que sólo con dificultad pueden ser distribuidos con homogeneidad en el color de estampación. Mediante la adición, por ejemplo, del ortofosfato primario del octadecilpentaglicol se obtiene después del secado el color de estampación en un estado muy blando y elástico, mientras que sin el empleo simultáneo de tales materias auxiliares el color se separa con facilidad en fragmentos, existiendo por tanto el peligro de que durante la fijación a elevadas temperaturas partículas de colorante sean fijadas en otro punto. Se puede contrarrestar eficazmente este peligro mediante las materias empleadas simultáneamente según la invención. También otras materias auxiliares pueden ser distribuidas de manera completamente homogénea en el color acuoso de estampación gracias al empleo simultáneo de las materias a considerar según la invención. Como tales materias auxiliares menciónense aún a título de ejemplo: las ce-



230. tonas, como la acetofenona; los aldehidos, como el benzaldehído y el aldehído salicílico; los ácidos y sus ésteres, como el ácido benzoico y los ésteres ya mencionados; las aminas, como la metilbenzil anilina, la cloroanilina, la  $\beta$ -naftilamina; además, menciónese también el  $\beta$ -naftol.

235. Análogamente a los tejidos de fibras de poliésteres del tipo de los poliésteres lineales a base de ácidos dicarboxílicos aromáticos, por ejemplo de los polímeros de tereftalato de etilenglicol, se comporta en la estampación con colorantes de dispersión también el material de fibras de triacetato de celulosa. El colorante puede ser fijado sólo muy mal sobre este material mediante el proceso de vaporado corriente. Sin embargo, se obtienen excelentes resultados si se les añaden a los colorantes los alcoholes polivalentes anteriormente descritos y respectivamente sus derivados. También aquí se emplea para la fijación de los colorantes un sencillo tratamiento térmico ulterior a elevadas temperaturas, entre 150-250° aproximadamente, con una duración del calentamiento de  $\frac{1}{2}$ -5 minutos aproximadamente y más.

240.

245.

El análogo comportamiento del triacetato de celulosa parece ser debido a que, a pesar de las diferencias existentes en la estructura química, la molécula contiene numerosos grupos ésteres.

#### Ejemplo 1

250. Se amasan 30 partes de 1-amino-2-metoxi-4-oxiantraquinona con adición de 50 partes de tioglicol y 370 partes de agua de 70° y se mezclan con 500 partes de un espesante constituido por partes iguales de goma británica (1:1) y de goma industrial (1:2). Luego se añaden 50 partes de fosfato primario del producto de condensación de alcohol dodecílico y 4 mol de óxido de etileno y se remueve con cuidado el conjunto. Con la pasta obtenida se stampa un tejido de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol, se seca de la manera corriente, luego se calienta durante 30 segundos a 200°, se en-

255.



226899

260. juaga, se enjabona a 70%, se vuelve a enjuagar y se acaba de preparar de la manera corriente. Se obtiene una estampación de intensidad cromática muy superior que sin adición del fosfato mencionado.

265. En lugar del fosfato mencionado puede emplearse con resultado igualmente bueno también la misma cantidad en peso del fosfato primario del producto de condensación de alcohol dodecílico y 8 mol de óxido de etileno o de alcohol palmitílico y 5 mol de óxido de etileno.

#### Ejemplo 2

270. Se amasan 30 partes de 1,4-diamino-2-metoxiantraquinona con 50 partes de tioglicol y 370 partes de agua de 70% y se mezclan con 600 partes de espesante de tragacanto (60:1000). A esta pasta se le añaden removiendo 50 partes del fosfato terciario de un polietilenglicol de peso molecular medio 200.

275. Se estampa de manera corriente sobre la máquina de rodillos o por impresión en película un tejido de fibras constituidas por polímeros de tereftalato de etilenglicol con la pasta de estampar obtenida, se seca, a continuación se calienta durante 30 segundos a 180%, se enjuaga, se enjabona a 70% y se vuelve a enjuagar. La penetración de la estampación resultamejorada notablemente por  
280. la adición del fosfato terciario mencionado. En lugar de este fosfato se puede emplear el polímero del etilenglicol mismo de peso medio molecular 200, pero en tal caso el efecto es algo inferior.

#### Ejemplo 3

285. Se amasan 25 partes de 4-nitro-4'-fenilaminobenzol con 50 partes de tioglicol y se remueven en 375 partes de agua de 70%. A la dispersión de colorante se le añaden 500 partes de un espesante constituido por partes iguales de goma británica (1:1) y de goma industrial (1:2) y 50 partes del fosfato terciario de un polímero del etilenglicol de peso molecular medio 200 esterificado ulterior-



290. mente con otras 3 mol de ácido esteárico. Se estampa con esta pasta un tejido de fibras de poliéster, se seca, luego se calienta durante 1 minuto a 160°, se enjuaga, se enjabona y se acaba de preparar de manera conocida. La estampación obtenida de este modo se distingue frente a otra sin adición del derivado mencionado del glicol, hecha con fines de comparación, por el mejor brillo del color. En lugar del fosfato terciario del polietilenglicol esterificado anteriormente con 3 mol de ácido esteárico puede también emplearse un producto esterificado ulteriormente con 3 mol de ácido láurico o de ácido palmítico.

300. Ejemplo 4

- Se elaboran, hasta obtener una pasta de estampación, 30 partes de 1,4-diaminoantraquinona de la manera descrita en el ejemplo 1 y con empleo de 50 partes del fosfato primario del producto de condensación de alcohol dodecílico y 8 mol de óxido de etileno, estampándose con ella un tejido de polímeros de tereftalato de etilenglicol y se seca. Luego se calienta el tejido durante 30 segundos a 220° y se acaba de preparar de la manera descrita en el Ejemplo 1. La estampación obtenida es más igual y más brillante que otra obtenida sin empleo del éster mencionado del ácido fosfórico.

305. En lugar del fosfato primario del producto de condensación de alcohol dodecílico y 8 mol de óxido de etileno, puede también emplearse el fosfato secundario del producto de condensación de alcohol miristílico y 6 mol o 4 mol de óxido de etileno, o el fosfato primario del producto de condensación de alcohol oleílico y 10 mol de óxido de etileno.

315 Ejemplo 5

- Se amasan 25 partes de 1,4-diamino-2-metoxi-antraquinona con 50 partes de tioglicol y se remueven con 355 partes de agua de 70°. Después de añadir 550 partes de goma industrial (1:2) se añaden 40 partes del fosfato primario del producto de condensación

320.



325. de alcohol dodecílico y 4 mol de óxido de etileno, removiéndose con cuidado la pasta. El tejido, estampado con esta pasta y secado, de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol es calentado durante 30 segundos a 200° y acabado de preparar de manera corriente. En comparación con una estampación realizada sin adición del mencionado éster fosfórico se obtiene una penetración considerablemente mejor y una buena uniformidad.

330. Si se emplea una pasta de estampación que contiene 30 partes de colorante y en lugar de la cantidad indicada de goma industrial 500 partes de goma británica (1/1) como agente de espesamiento, así como 50 partes del mencionado éster, se obtiene un resultado igual si se calienta el tejido estampado y secado de poliéster, durante 2 minutos, a 150°.

#### Ejemplo 6

335. Se amasan 30 partes de 4-nitro-4'-fenilaminoazobenzol con 30 partes de tiodiglicol y se mezclan con 340 partes de agua de 70°. Después de añadir 550 partes del espesante descrito en el Ejemplo 1, se mezclan cuidadosamente, removiéndolo, con la pasta obtenida 50 partes de un fosfato terciario de un polietilenglicol de peso molecular medio 200, esterificado ulteriormente con 2 mol de ácido esteárico, ácido oléico, ácido palmítico o ácido láurico. Un tejido de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol estampado con esta pasta de estampación y secado es calentado durante 30 segundos a 180° y preparado de la manera corriente mediante enjabonado y enjuagado. En comparación con una estampación obtenida sin la adición del mencionado éster del ácido fosfórico, la estampación obtenida por el procedimiento de la presente invención es de color considerablemente más intenso y, además de una perfecta uniformidad, muestra un perfecto brillo.

350. Ejemplo 7



- Se elaboran 30 partes de 1,4-diamino-nitroantraquinona con 30 partes de tioglicol, 290 partes de agua de 70% y 600 partes de tragacanto (60:1000) obteniendo una pasta a la que se añaden aun 50 partes del fosfato primario del producto de condensación del alcohol octadecílico y 4 mol de óxido de etileno. Con la pasta así obtenida se estampa un tejido de fibra de polímeros de tereftalato de etilenglicol, se seca y a continuación se calienta durante 2 minutos a 140% y se acaba de preparar de la manera corriente. La estampación obtenida revela una mayor uniformidad y una intensidad de color superior a la de una estampación comparativa realizada sin empleo del mencionado éster del ácido fosfórico. En lugar del mencionado éster primario del ácido fosfórico pueden también añadirse cantidades en peso iguales de los siguientes compuestos a la pasta de estampación:
355. 1) del fosfato primario o terciario del producto de condensación de alcohol dodecílico con 4 y respectivamente 8 mol de óxido de etileno.
  360. 2) del fosfato primario o secundario del producto de condensación de alcohol octadecílico y 16 mol de óxido de etileno.
  365. 3) del fosfato terciario del producto de condensación de alcohol estearílico u oleílico y 4 mol de óxido de etileno.
  370. 4) del fosfato secundario del producto de condensación de alcohol dodecílico y 4 mol de óxido de etileno.
  375. 5) del fosfato terciario de polietilenoglicol de peso molecular medio 200.
  380. 6) del fosfato terciario de glicol de polietileno de peso molecular medio 200, esterificado ulteriormente con 2 mol de ácido esteárico o palmítico.
  385. 7) del fosfato terciario de glicol de polietileno de peso molecular medio 200, esterificado ulteriormente con 3 mol de ácido esteárico u oléico.

226899



- 8) del fosfato secundario del producto de condensación de alcohol olefílico y 2 mol de óxido de etileno.
- 9) del éster diglicólico del ácido dibenzóico.
385. 10) del éster tetraglicólico del ácido salicílico.
- 11) del éster diglicólico del ácido ftálico.
- 12) del éster tetraglicólico del ácido benzóico.
- 13) del producto de condensación de fenol p-butílico o de  $\beta$ -naftol y 1 y respectivamente 2 mol de óxido de etileno.

390. Ejemplo 8

Se elaboran de manera corriente 20 partes de 1,4-diamino-5-nitroantraquinona con 50 partes de tiodiglicol, 290 partes de agua de 70% con empleo de 600 partes de un espesante de harina de semillas de algarroba al 25:1000 y con adición de 40 partes del fosfato secundario del producto de condensación de alcohol octadecílico y 16 mol de óxido de etileno, obteniendo una pasta con la que se es tampa un tejido de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol, y se seca a continuación. Después del secado, se calienta el tejido durante 40 segundos a 180% y se acaba de preparar de la manera corriente.

395. Si se emplean 30 partes de colorante y, en lugar del mencionado éster secundario de ácido fosfórico, 50 partes de poliglicol (peso molecular medio 200), se obtiene un resultado igualmente bueno.

400. Ejemplo 9

405. Se amasan 25 partes de p-nitro-aminoazobenzol con 40 partes de tiodiglicol y 335 partes de agua de 70% y se añaden 550 partes de espesante de almidón y tragacanto. Se le añaden a la mezcla 50 partes del fosfato secundario del producto de condensación de alcohol olefílico y 2 mol de óxido de etileno, removiéndose bien con calentamiento en baño maría. Un tejido de fibras de polímeros

410.

226899



de tereftalato de etilenglicol estampado con esta pasta, y que después de secado es calentado durante 30 segundos a 180° y acabado de preparar de la manera conocida, revela unas excelentes uniformidad e intensidad de color.

415.

#### Ejemplo 10

Se elaboran, de la manera descrita en el Ejemplo 1, 30 partes del colorante obtenido por diazotación de aminoazobenzol y acoplamiento con o-cresol, obteniéndose una pasta para estampar que en lugar de la cantidad indicada de éster del ácido fosfórico contiene la misma cantidad en peso del dibenzoato del diglicol. Al estampar un tejido de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol y fijar el colorante durante 30 segundos durante el calentamiento a 200°, acabándose de preparar de la manera corriente, se obtiene una estampación muy uniforme y de color intenso.

420.

425.

#### Ejemplo 11

Se amasan y remueven bien 30 partes de 1,4-diamino-2-metoxiantraquinona con 50 partes de tiodiglicol y 370 partes de agua a 70°. Después de calentar con 500 partes de un espesante de alcohol polivinílico que contiene aún un 12% de grupos acetilos, se añaden a la masa 50 partes de un producto de condensación de fenol p-butílico y 2 mol de óxido de etileno. Un tejido estampado con esta pasta de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol, es calentado después del secado, durante 30 segundos, a 180° y es acabado de preparar de la manera corriente. Se obtiene una estampación de brillo excepcional y de uniformidad muy buena, al propio tiempo que una buena penetración.

430.

435.

#### Ejemplo 12

Se remueven 30 partes del colorante obtenido por diazotación de o-cloro-p-nitranilina y acoplamiento con dioxietil-m-toluidina con 50 partes de tiodiglicol y 370 partes de agua de 70° y, después

440.



445. pués de la mezcla con 500 partes de espesante de tragacanto (60:1000), se le añade a la masa obtenida 50 partes de un producto de condensación de fenol p-butílico y 1 mol de óxido de etileno. El tejido de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol estampado con esta pasta es calentado después del secado, durante 1 minuto, a 150°, enjuagado, enjabonado a 70°, enjuagado otra vez y acabado de tratar de manera corriente. Se obtiene una penetración muy buena.

#### Ejemplo 13

450. 30 partes del colorante obtenido por diazotación de p-nitranilina y acomplamiento con dioxietil-m-cloroanilina son amasados con 50 partes de tioglicol en 370 partes de agua a 70° y removidas. Después de la mezcla con 500 partes de un espesante de almidón y tragacanto, se añaden 50 partes del producto de condensación de tributífenol y 4 mol de óxido de etileno y se remueve con cuidado la masa calentándola en baño maría. Con esta pasta se stampa un tejido de fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol, se seca, luego, para fijar el colorante, se calienta 40 segundos a 180° y se acaba de preparar de manera corriente. Frente a una estampación realizada con fines de comparación sin empleo del producto de condensación de fenol tributílico y óxido de etileno, la estampación así obtenida se distingue por su mayor brillo.

455. 460.

#### Ejemplo 14

465. Se remueven 30 partes de 4-nitro-4'-fenilaminoazobenzol con 40 partes de tioglicol y 280 partes de agua de 70°. A esta dispersión de colorante se le añaden como espesante (1:4) 600 partes de un alcohol polivinílico que aún contiene un 12% de grupos acetilos. A la masa se le añaden luego con calentamiento en baño maría 50 partes del fosfato terciario de un polietilenglicol de peso molecular medio 200, esterificado con 2 mol de ácido esteárico. Con esta pasta se stampa un tejido de polímeros de tereftalato de etilenglicol y, después del secado, se calienta durante 1 minuto a 160°. Después

470.



de preparado de la manera corriente, revela una estampación de buena uniformidad e intensidad de color.

475. Ejemplo 15

Se amasan 30 partes de 1,4-diamino-5-nitro-antraquinona con 30 partes de tiodiglicol. Se remueven con 360 partes de agua de 70% y se mezclan con 500 partes de un espesante constituido por partes iguales de goma británica (1:1) y de goma industrial (1:2). A

480. esta pasta, calentada en baño maría, se le añaden 60 partes de un producto de condensación de fenol p-butílico y 2 mol de óxido de etileno.

Con esta pasta se estampa un tejido de triacetato de celulosa y una vez seco se calienta durante 2 minutos a 220%. El tejido así obtenido es enjuagado, enjabonado a 70% y enjuagado otra vez. Se obtiene una estampación de una profundidad de color y brillo extraordinarios.

485. Por el procedimiento descrito, se puede también llegar a teñidos uniformes, estampando uno o ambos lados del tejido con una de las pastas de estampación descritas, por ejemplo en un cilindro provisto de acanaladuras uniformes dispuestas a distancias muy pequeñas (Hachourenwalze) o un cilindro de 1000 puntos, o bien impregnando el tejido de color de estampación, secándolo y tratándolo con calor.

495. REIVINDICACIONES

1).- Procedimiento para la estampación de material textil constituido por fibras de poliésteres, y especialmente por fibras de polímeros de tereftalato de etilenglicol, o que contiene dichas fibras, con colorantes de dispersión, caracterizado por el hecho de estamparse el material con un color que contiene uno o varios alcoholes polivalentes o derivados de los mismos, eventualmente en mezcla, secarse y exponerse el material estampado a la acción de elevadas temperaturas.

226899



505. 2).- Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por emplearse como alcohol polivalente, y respectivamente derivados del mismo, glicol o sus derivados.
- 3).- Procedimiento según la reivindicación 2), caracterizado por emplearse ésteres como derivados del glicol.
510. 4).- Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por el hecho de emplearse productos de condensación de compuestos de elevado peso molecular, con por lo menos 6 átomos de carbono, con glicoles u otros alcoholes polivalentes, que además han sido esterificados con ácidos.
515. 5).- Procedimiento según las reivindicaciones 1) a 4), caracterizado por emplearse fosfatos de los alcoholes polivalentes.
- 6).- Procedimiento según las reivindicaciones 1) a 5), caracterizado por emplearse también agentes de hinchamiento insolubles para la fibra de poliéster.
520. 7).- PROCEDIMIENTO PARA LA ESTAMPACION DE MATERIAL TEXTIL DE FIBRAS DE POLIESTERES.

Esta Memoria consta de dieciocho hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

Madrid, a 28 de Junio de 1956.

Paulanda