

AÑO

Expediente núm.



23912R

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE **INVENCIÓN.**

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** **INVENCIÓN** por 20 años, en España

a favor de

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad, de nacionalidad
inglesa domiciliado en Imperial Chemical House,
calle de Millbank, Londres, Inglaterra. núm.

por:

« Procedimiento de tejido de materiales textiles celulósicos ».

Nº 4856

Agente Sr. Gómez-Acabo y Modet.

PATENTE DE INVENCION

C.I. Case No. D.12637.

239126
239126



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de teñido de materiales textiles celulósicos".

=====

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

=====

Este invento se refiere a un nuevo procedimiento de coloración o teñido y, más especialmente, se refiere a un nuevo procedimiento para el teñido o coloración de materiales textiles celulósicos con tintes solubles en agua y que contengan grupos sulfamida.

5.

Se ha propuesto con anterioridad emplear tintes solubles en agua que contengan grupos sulfon- β -clorocetilamida, para el teñido de la lana. Al emplear estos tintes para el teñido de materiales textiles celulósicos, por los métodos corrientemente usados, solo pueden obtenerse

10.

239126

14 DIC



matices pálidos, en general, y las coloraciones obtenidas acusan una resistencia muy reducida al lavado.

5. Sin embargo, se ha comprobado que si los tintes mencionados y algunos compuestos con ellos relacionados, se aplican a los materiales textiles celulósicos junto con un tratamiento con un agente fijador de ácido, se obtiene una coloración mejor y mucho más resistente al lavado.

10. De acuerdo con este invento, por tanto, se proporciona un procedimiento para el teñido de materiales textiles con un tinte que contenga, por lo menos, un grupo iónico solubilizador, y además, como mínimo, un grupo de la fórmula $-SO_2R$, representando R un grupo β -cloroetilamino o β -bromoetilamino que comprende el tratar dichos materiales textiles con el tinte y con un agente de fijación de ácido.

15. Los tintes adecuados para usarse en el procedimiento de este invento, pueden obtenerse, por ejemplo, como se describe en la memoria de la patente alemana nº 743.766, diazotizando aminas primarias aromáticas que contengan grupos representados por SO_2R en la fórmula anterior y que, opcionalmente, contengan uno o más azogrupos y acoplado los diazonio-compuestos así obtenidos con componentes azóicos de acoplamiento que contengan grupos iónicos solubilizantes, especialmente grupos ácido sulfónico.

20. Como ejemplos de aminas primarias aromáticas que pueden usarse para fabricar tintes azóicos susceptibles de emplearse en el procedimiento de este invento, pueden citarse la m-aminobencenosulfon-beta-cloroetilamida,

25. 30.



239126

la m-aminobencenosulfon-beta-bromoetilamida y la anilina-3:5-di-(sulfon-beta-cloroetilamida).

- Como ejemplos de componentes azóicos de acoplamiento adecuados, susceptibles de emplearse para fabricar los tintes azóicos, que pueden usarse en el procedimiento de este invento, pueden citarse:
5. 1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-5-pirazolona, 1-(2':5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona, ácido 1-p-tolueno-sulfonamido-8-hidroxinaftaleno-3:6-disulfónico, ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico, ácido 2-acetilamino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico, ácido 2-acetilamino-5-naftol-7-sulfónico y ácido 1-naftol-4-sulfónico.
- 10.

- Otros tintes que pueden usarse en el procedimiento de este invento, puede obtenerse tratando un tinte apropiado, por ejemplo de las series azo, nitro y antraquinona, y en especial, de la serie ftalocianina, que contenga más de un grupo sulfoncloruro, con una solución acuosa de beta-cloroetilamina, o beta-bromoetilamina, con lo cual algunos de los grupos sulfóncloruro se convierten en grupos ácido sulfónico, y los grupos sulfóncloruro restantes se transforman en los grupos sulfonamida sustituidos. Los tintes de la serie nitro, pueden obtenerse también por reacción de un o-cloronitrobenzoceno que lleva un grupo beta-cloroetilsulfamida, con una amina aromática primaria, sustituida por un grupo solubilizante adecuado, en presencia de un agente de fijación de ácido, tal como el carbonato cálcico.
- 20.
- 25.
- 30.

- En el procedimiento a que este invento se refiere, pueden utilizarse como agentes de fijación de ácido los álcalis solubles en agua, por ejemplo álcalis
- 30.

14 DI

20126



cáusticos, tal como la sosa o la potasa cáustica, o sales de metal alcalino de ácidos débiles, tal como el carbonato o el bicarbonato sódico, el fosfato trisódico, o el metasilicato sódico, y álcalis insolubles en agua, tales como el óxido de magnesio hidratado.

5.

El teñido de material textil celulósico, puede llevarse a cabo tanto por la técnica de teñido, como por la de estampado. El tratamiento con agente de fijación de ácido, puede aplicarse antes de tratar con el tinte, después de este tratamiento o simultáneamente con el mismo.

10.

Cuando el agente de fijación de ácido se aplica simultáneamente con el tinte, puede convenientemente disolverse o suspenderse en el medio que contiene el tinte mencionado, o sea la solución de tinte o la pasta de estampado que encierra el mismo.

15.

La solución del tinte, esté o no presente el agente de fijación de ácido, puede contener coadyuvantes comunmente usados en los baños de teñido, por ejemplo cloruro o sulfato o alginato sódicos, urea y éteres alkílicos de celulosa, solubles en agua.

20.

La pasta de estampado, contenga o no agente de fijación de ácido, puede comprender también coadyuvantes comunmente empleados, por ejemplo urea y agentes espesadores, tales como metil-celulosa, fécula y goma de algarrobo, pero como agente espesador se prefiere emplear un espesador libre de grupos hidroxilo alcohólicos primarios, tal como una emulsión agua-en-aceite o aceite-en-agua, o con preferencia un alginato, tal como el alginato sódico.

25.

30.



233126

- El tejido puede llevarse a cabo por métodos continuos o no. En los métodos no-continuos el procedimiento puede aplicarse en solución acuosa en máquinas de teñir corrientemente usadas, por ejemplo en tina
5. abierta o en otros dispositivos, preferentemente utilizando una relación entre el líquido de teñido y los artículos, comprendida entre 3 a 1 y 40 a 1, como es corriente en estas máquinas. El tratamiento con el tinte, se lleva a cabo con preferencia a temperatura elevada, por ejemplo
 10. entre 80° y 100°C. En un procedimiento no-continuo preferido, el material textil se trata en la solución de tinte durante un período de tiempo, con preferencia entre 15 y 45 minutos, y a continuación se añade a la solución el agente fijador de ácido.
 15. En los métodos continuos, el procedimiento puede llevarse a cabo impregnando el material textil a través de una solución acuosa única que contenga el tinte y el agente de fijación de ácido, o a través de soluciones separadas, una que contenga el tinte, y la otra, el agente de fijación de ácido. La estampación continua puede
 20. llevarse a cabo, por ejemplo estampando en una máquina de estampar de rodillos, con una pasta de estampado que contenga el tinte y el agente de fijación de ácido, o estampado con una pasta de estampado que contenga el tinte, y tratando separadamente con el agente de fijación
 25. de ácido, por ejemplo impregnando con una solución ^{acuosa} del mismo, o por estampado en capa con una pasta de estampado que contenga el agente de fijación de ácido. La solución acuosa y las pastas de estampado que contienen los
 30. agentes de fijación de ácido de este modo empleadas, pueden

238126



contener también coadyuvantes comunmente usados de las clases antes citadas.

- Los tintes aplicados al material textil desde una pasta de estampado, que contiene agente de fijación de ácido, o por impregnación con una solución acuosa que contengan dicho agente, puede fijarse corrientemente por sencillo secado del material textil, por ejemplo en una cámara caldeada a temperaturas de 40° a 70°C, o haciendo pasar el material textil estampado, sobre una serie de cilindros calentados con vapor. En algunos casos, sin embargo, se consigue una fijación perfeccionada, tratando con vapor el material textil estampado, durante un corto período de tiempo, por ejemplo 10 minutos o menos.
5. Cuando el tinte se aplica al material textil, por impregnación a través de una solución acuosa que contenga dicho tinte y el agente de fijación de ácido, se prefiere utilizar un álcali- no-cáustico, tal como una sal de metal alcalino de un ácido inorgánico débil, y calentar el material textil impregnado, con preferencia a una temperatura de 100° a 120°C., por ejemplo, haciéndolo pasar a través de un secador del tipo de conducto caliente, o sobre cilindros calentados por vapor o un estricador.
10. Cuando el agente fijador de ácido se aplica en una etapa separada, antes o después del tratamiento con el tinte, tanto la solución del agente fijador de ácido como la solución del tinte que contiene éste pueden aplicarse a temperaturas variables entre amplios límites, convenientemente a una temperatura comprendida entre la
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



230126

- ambiente y el punto de ebullición de las soluciones. Se prefiere aplicar los dos tratamientos a una temperatura ligeramente superior a la atmosférica, con preferencia a 50° aproximadamente. El material textil, si se desea, puede secarse entre los dos tratamientos, y después de la aplicación de la solución del tinte, o después de la aplicación del agente fijador de ácido, según la fase que constituya la última, el material textil puede calentarse por ejemplo por acción del vapor, por paso a través de una cámara caldeada o de un baño de metal fundido o pasando por encima de cilindros secadores caldeados.
- 5.
- 10.

- Cuando, al aplicar un proceso de estampado, figura una etapa de tratamiento por vapor, puede aplicarse también otros tipos de tintes junto con los antes definidos, y el proceso, utilizando un tratamiento ulterior con agente fijador de ácido, puede utilizarse ventajosamente para el estampado con los tintes antes definidos, junto con tintes que, por caldeo o tratamiento con vapor, desprendan vapores ácidos o se fijen por tratamiento con ácido o vapores ácidos. Estos tintes comprenden, por ejemplo, los esteres leuco-sulfúricos de tintes de tina y tintes obtenidos por la reacción de materias colorantes que contengan grupos halogenometilo, con aminas terciarias o tioureas.
- 15.
- 20.

- La resistencia al lavado o ulterior tratamiento en húmedo de las coloraciones producidas por el procedimiento de este invento, se mejora en general por un tratamiento de restregado en por ejemplo, una solución acuosa y caliente de jabón y carbonato sódico, seguido por un aclarado en agua caliente, antes del secado.
- 25.
- 30.



239126

La coloración en materiales celulósicos, producida por el procedimiento de este invento, posee un grado elevado de resistencia al tratamiento húmedo, por ejemplo al lavado repetido.

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

EJEMPLO 1.

10. En 100 partes de agua que contengan 0,2 partes de triipropilnaftaleno sulfonato de sodio, a 50°C., se disuelven 2 partes del tinte obtenido acoplado
15. m-aminobencenosulfon-beta-cloroetilamida, con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico, en condiciones, ácidas. Se empapa con esta solución un pedazo de tela de algodón de tejido corriente, blanqueada, y se escurre
20. a través de una máquina adecuada, para dejar que la tela contenga un peso de solución igual al suyo. La tela a continuación se seca a 50°C. La tela seca se hace pasar a través de una solución que contenga 10 partes de sosa cáustica y 300 partes de sal común en 1000 partes de agua, y luego se somete a la acción del vapor durante 1 minuto. A continuación se lava en baños sucesivos que contengan
25. agua, una solución acuosa al 4% de bicarbonato sódico y agua. Luego se lava durante 5 minutos en una solución hirviente que contenga 3 partes de un condensado de óxido alquil-fenoletilénico en 1.000 partes de agua, se enjuaga en agua y se seca.

30. La tela se tinte en color rojo ladrillo que posee una excelente resistencia al lavado severo y a otros tratamientos en húmedo.



140
239126

EJEMPLO 2.

5. Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo de la fig. 1, pero sustituyendo el tinte empleado en la solución de empapado por un peso igual del tinte obtenido acoplado la m-aminobencenosulfon-beta-cloro-etilamida diazotizada con 1-(3':5'-disulfofenil)-3-metil-5-pirazolona.

10. El algodón se tinte en un tono amarillo brillante que posee una excelente resistencia al lavado enérgico y a otros tratamientos en húmedo.

EJEMPLO 3.

15. Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1, pero sustituyendo el tinte usado en la solución de empapado por un peso igual del tinte obtenido acoplado maminobencenosulfon-beta-cloroetilamida, con ácido 1-acetil-amino-8-hidroxi-naftaleno-3:6-disulfónico.

El algodón se tinte en un tono rojo azulado brillante de excelente resistencia al lavado enérgico y a otros tratamientos en húmedo.

20. EJEMPLO 4.

25. Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1, pero sustituyendo el tinte empleado en la solución de empapado, por la mitad de su peso del tinte obtenido tratando una suspensión acuosa de tetra-3'-sulfon-cloruro de ftalocianina de cobre, beta-cloroetilamina.

El algodón se tinte en un tono azul brillante de excelente resistencia al lavado.

EJEMPLO 5.

30. Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1, pero sustituyendo el tinte usado en la solución de

239126



empapado, por un peso igual del tinte obtenido por reacción de 4-beta-cloroetilsulfonamido-2-nitroclorobenceno con ácido 4-amino-anisol-3-sulfónico en solución acuosa, en presencia de carbonato cálcico y agua a 100°C.

5. La tela se tinte en un tono amarillo de excelente resistencia a los tratamientos en húmedo y a la luz.

EJEMPLO 6.

10. A la temperatura ambiente, se empapan 100 partes de un tejido de algodón corriente y blanqueado, con una solución que contenga 2% de cristales de sulfato sódico, 0,2% de un aceite elevadamente sulfonado, y 2% del tinte obtenido acoplado maminobencenosulfon-beta-bromoetilamida con 1-(4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona y luego se escurre entre rodillos para que el peso del tejido/^{se}duplique. La tela se seca y luego se empapa por paso a través
15. de una solución acuosa que contenga 0,5% de hidróxido sódico y 30% de cloruro sódico, y se trata con vapor, a la presión atmosférica, durante 1 minuto. La tela se lava a continuación en agua y solución acuosa de jabón al 2%, en
20. ebullición, y finalmente se aclara con agua y se seca.

La tela se colorea en tono amarillo muy resistente allavado y a la luz.

EJEMPLO 7.

25. Se tinte 100 partes de tejido de algodón corriente y blanqueado, por el método descrito en el ejemplo 1, excepto que el tinte usado se sustituye por un peso igual del tinte obtenido acoplado 3:5-di-(sulfon-beta-cloro-etilamido)-anilina con ácido 1-acetilamina-8-hidroxinaftaleno-3:6-disulfónico.

30. La tela se colorea en tono rojo oscuro, muy

239126



resistente al lavado y a la luz.

EJEMPLO 8.

5. Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1, pero la tela de algodón de tejido corriente y blanqueada, se sustituye por tela tejida de viscosa, y el tinte se sustituye por el empleado en el ejemplo 2.

La viscosa se tinte en un tono amarillo brillante dotado de excelente resistencia al lavado.

EJEMPLO 9.

10. A la temperatura ambiente se empapa tela de algodón blanqueada, de tejido corriente, con una solución acuosa que contiene el 2% del tinte rojo usado en el ejemplo 3, 1% de bicarbonato sódico, 1% de sulfato sódico en cristales y 0,2% de un condensado fenol alquílico-óxido de etileno y se escurre a través de una calandra preparada para dejar que la tela absorba una cantidad de solución igual a su peso. A continuación se seca el tejido en un secador de corriente caliente a 112°C. y luego se lava sucesivamente con agua, con una solución acuosa e hirviente al 3% de un condensado fenol alquílico-óxido de etileno y finalmente se aclara con agua y se seca.
- 15.
- 20.

La tela se colorea en un tono rojo azulado brillante, que posee excelente resistencia al lavado y a la luz.

25. EJEMPLO 10.

30. A la temperatura ambiente, se empapan 100 partes de un tejido de rayón viscosa, de poco peso, con una solución acuosa que contenga 1% de bicarbonato sódico, 0,2% de un aceite altamente sulfonado y 2% del tinte obtenido acoplando m-amino benceno sulfón-beta-bromo-



33126

etilamida diazotizada, con ácido 1-acetilamino-8-hidroxi-naftaleno-3:6-disulfónico.

5. La tela se escurre a continuación entre rodillos, para que duplique su peso, y luego se seca a 100°C. A continuación se aclara con agua, luego se trata con solución acuosa e hirviente al 2%, se aclara nuevamente en agua y se seca.

El tejido se colorea en un tono rojo brillante resistente al lavado y a la luz .

10. EJEMPLO 11.

Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 9, pero empleando una solución acuosa de empapado que contenga 1% del tinte usado en el ejemplo 4, 0,5% de carbonato sódico, 1% de sulfato sódico en cristales y 0,2% de un condensado fenolalquílico-óxido de etileno.

15. El algodón se tifie en un tono azul brillante dotado de excelente resistencia al lavado.

EJEMPLO 12.

20. Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 9, utilizando tejido de viscosa en lugar de la tela de algodón de tejido corriente.

La viscosa se tifie en un tono rojo azulado dotado de excelente resistencia al lavado.

EJEMPLO 13.

25. Se añaden 100 partes de hebra de rayón viscosa, a una solución, a 50° que contenga una parte del tinte usado en el ejemplo 1, en 3.000 partes de agua, y a continuación se añaden 90 partes de cloruro de sodio. La solución se calienta a continuación a 90° y se continúa el tratamiento a esta temperatura, durante 30 minutos.
- 30.



Se agrega en este momento una solución de 5 partes de grumos de sosa cáustica en agua. Después de otros 60 minutos, se retira el rayón viscosa, se aclara en agua y finalmente se "jabona" durante 15 minutos en una solución hirviente que contenga 9 partes de un condensado fenol

5. alquílico-óxido de etileno en 3.000 partes de agua y luego se aclara en agua y se seca. El rayón viscosa se tinte en un tono rojo ladrillo.

Si el tinte usado en el ejemplo anterior se

10. sustituye por el empleado en el ejemplo 2, 3 o 4, el rayón viscosa se tinte, respectivamente, en tono amarillo pálido, rosa azulado o azul turquesa.

Se obtienen resultados análogos si los copos de sosa cáustica se sustituyen por un peso igual de

15. carbonato sódico anhidro.

EJEMPLO 14.

A la temperatura ambiente, se empapan 100 partes de tejido de rayón viscosa de fibra corta con una solución que contenga 10 partes del tinte usado en el

20. ejemplo 1, 20 partes de bicarbonato sódico, 10 partes de cloruro sódico, y 2 partes de un condensado fenol alquílico-óxido de etileno, en 1.000 partes de agua y a continuación la se escurre en una calandra para que duplique su peso. A continuación el tejido se seca a 100°C.

25. y luego se lava sucesivamente en agua, en una solución acuosa que contenga 9 partes de un condensado fenol alquílico-óxido de etileno en 3.000 partes de agua, después en agua y luego se seca. El rayón viscosa se tinte en un tono rojo ladrillo.

30. Si el tinte usado en el ejemplo anterior se



233126

sustituye por el empleado en el ejemplo 2, 3 o 4, el rayón viscosa queda teñido, respectivamente, en un tono amarillo pálido, rosa azulado o azul turquesa.

EJEMPLO 15.

5. Se prepara una pasta de estampado de la composición siguiente:

	Tinte empleado en el ejemplo 3	5 partes
	Urea	5 "
	Agua	54 "
10.	Alginato sódico (solución acuosa al 5%)	35 "
	Bicarbonato sódico	<u>1 parte</u>
		100

La pasta de estampado se aplica a tejido de algodón por medio de una máquina de estampar de rodillos.

15. A continuación se seca el tejido y se trata con vapor durante 5 minutos. Luego se aclara en agua fría, se lava en una solución que contenga 3 partes de un condensado fenol alquílico-óxido de etileno y 0,5 parte de carbonato sódico anhidro en 1.000 partes de agua, a 100°C. durante

20. 5 minutos, se aclara con agua y se seca. El estampado obtenido es de color rojo y posee una buena resistencia al lavado.

EJEMPLO 16.

25. Se repite el ejemplo 15 usando una pasta de estampado de la composición siguiente.

	Tinte empleado en el ejemplo 4	3 partes
	Urea	30 "
	Agua	31 "
	Alginato sódico (solución acuosa al 5%)	35 "
30.	Bicarbonato sódico	<u>1</u>
		100 "



239126

Se obtiene un estampado azul turquesa brillante, de excelente resistencia al lavado y al "crocking".

EJEMPLO 17.

Se prepara una pasta de estampado de la composición siguiente:

5.	Tinte usado en el ejemplo 10	2'5 partes
	Agua	56'5 "
	Alginato sódico (solución acuosa al 5%)	35'0 "
	Urea	5'0 "
10.	Bicarbonato sódico	<u>1'0</u> "
		100'0 "

La pasta de estampado se aplica mediante estampación por rodillos a tejido de rayón viscosa de poco peso, la tela se seca y se trata con vapor durante 5 minutos a la presión atmosférica. A continuación se aclara el tejido en agua fría, se lava con una solución hirviente que contenga 3 partes de un detergente sintético y una parte de sosa en 1.000 partes de agua, durante 5 minutos, se aclara de nuevo en agua y se seca.

20. La tela estampada así obtenida, tiene un tono rojo brillante de buena resistencia al lavado.

EJEMPLO 18.

25. Se estampa un tejido de algodón corriente empleando una pasta de estampado preparada como se describe en el ejemplo 17, excepto que el tinte usado se sustituye por un peso igual del tinte obtenido acoplado m-aminobencenosulfon-beta-bromoetilamida diazotizada, con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico, Después de tratar con vapor y lavar como se ha descrito en el ejemplo 17,



239126

se obtiene un estampado de tono rojo oscuro, resistente al lavado.

EJEMPLO 19.

5. Se empapa un pedazo de tela de algodón de tejido corriente, blanqueada, con una solución acuosa que contenga 1% del tinte obtenido como se describe a continuación, 2% de carbonato sódico, 20% de urea y 2% de un agente de mojadura no-iónico, y a continuación se escurre hasta que la tela retiene solamente su propio peso de solución. El tejido se calienta a continuación a una temperatura de 125 a 130°C., hasta secarlo, luego se aclara, se lava, se aclara de nuevo y se seca como se describe en el ejemplo 1. La tela queda teñida en un tono verde muy resistente al lavado.
- 10.
15. El tinte empleado en el ejemplo anterior se obtiene del modo siguiente: Se trata 1:4-di(4'-fenilnilino) antraquinona, con ácido clorosulfónico a 20°C. durante 20 horas, y luego a 75°C. durante 1 hora, y la masa de reacción se vierte en agua. El precipitado, constituido esencialmente por el derivado tetra-sulfoncloruro del material de partida, se separa por filtración, se lava con agua y se agita con una solución acuosa que contenga dos proporciones moleculares de beta-cloroetilamina en presencia de carbonato sódico suficiente para mantener un pH de 7,5 a 8 a 20°C. durante 18 horas; a continuación
- 20.
25. los restantes grupos sulfoncloruro se hidrolizan añadiendo piridina hasta que el tinte se disuelve y agitando la solución resultante durante 1 hora. A continuación se añade sal, y el tinte precipitado se separa por fil-
30. tración, se lava con lejía y se seca. El producto contiene



239126

aproximadamente 2 grupos ácido sulfónico y 2 grupo beta-cloro-etilsulfamilo por cada núcleo antraquinona.

EJEMPLO 20.

- Se empapó un pedazo de tela de algodón de tejido corriente, con su propio peso de una solución que contenga
5. 2% de Brenthol AT (Nº 37.610 del índice de Colores), 0,5% de sosa cáustica, 20% de urea, 2% del tinte obtenido como a continuación se describe y 2,4% de un agente de mojadura constituido por una mezcla de sodio oleil
10. p-anisidina, ácido disodio metileno dinaftaleno-sulfónico y un alcohol. La tela se seca a 110°C. durante 5 minutos, y luego se trata en una vasija de fundido, con 5 veces su peso de una solución acuosa que contenga 5% de Brentamina amarilla resistente, sal GC (37.000 del índice de colores) y 0,2% de ácidoacético, durante 15 minutos
15. a 18°C.

La tela se aclara luego, se lava, se aclara y se seca, como se describe en el ejemplo 1. De este modo, se tife en un tono verde brillante muy resistente al lavado y a los tratamientos de blanqueo.

20.

El tinte usado en el ejemplo anterior, se obtiene como sigue:

- Se calienta durante 4 horas a 140°C., ftalocianina de cobre con ácido clorosulfónico, y la masa de reacción se vierte en agua. El precipitado se separa por filtración, se lava con agua y se trata con una solución acuosa de 2 proporciones moleculares de beta-cloroetilamina, en presencia de bicarbonato sódico suficiente para mantener un pH de 7 a 8, a 20°C. durante 16 horas. A
- 25.
30. continuación se añade sal, y el tinte se separa por

140
239126



filtración, se lava con lejía y se seca. El producto contiene alrededor de 2,7 grupos ácido sulfónico y 1,3 grupos beta-cloroetilsulfamilo por cada núcleo de ftalocianina de cobre, principalmente como sustitutos 3'.

5.

EJEMPLO 21.

Un pedazo de tela de algodón blanqueada de tejidocorriente, se empapa en su propio peso de una solución que contenga 1% del tinte obtenido como se describe a continuación, 10% de carbonato sódico y 0,2% de un agente de mojadura constituido por el producto de policondensación de óxido de etileno y un fenol alquílico. La tela se seca luego a 70°C., se trata con vapor durante 3 minutos a 102°C. y luego se aclara, se lava se aclara nuevamente y se seca como se describe en el ejemplo 1.

10.

15.

La tela queda teñida en un tono verde de excelente resistencia al lavado.

El tinte usado en el ejemplo anterior, se obtiene como se describe en el párrafo final del ejemplo 19, pero usando 1:4-di(4'-fenoxianilino)antraquinona, en lugar de 1:4-di(4'-fenilnilino)antraquinona. El tinte obtenido contiene alrededor de 2 grupos ácido sulfónico y 2 grupos beta-cloroetilsulfamilo por cada núcleo antraquinona.

20.

25.

EJEMPLO 22.

Se prepara una pasta de estampado de la composición siguiente:



Tinte obtenido como se describe a continuación	3 partes
Urea	20 "
Agua	42 "
Alginato sódico (solución acuosa al 5%)	<u>35</u> "
	100 "

5.

La pasta de estampado se aplica a tela de algodón por medio de una máquina de estamper de rodillos y se seca. A continuación se empapan 100 partes de la tela estampada, a la temperatura ambiente, con una solución

10.

que contenga 30 partes de copos de sosa cáustica en 1.000 partes de agua, y la tela se escurre a continuación en una calandra de tal modo que su peso equivale a 170 partes. Luego se seca la tela en cilindros secadores

15.

calentados con vapor, y que tienen una temperatura superficial comprendida entre 100 y 105°C., y luego se aclara, se lava, se aclara y se seca, como se describe en el ejemplo 1.

20.

La tela estampada así obtenida, tiene una impresión en tono azul turquesa brillante, de excelente resistencia al lavado y al "crocking".

25.

El tinte usado en el ejemplo anterior, se prepara como se describe en el párrafo final del ejemplo 20, pero empleando 1,5 proporciones moleculares de beta-cloroetilamina. El producto así obtenido contiene alrededor de 3 grupos ácido sulfónico y 1 grupo beta-cloroetilsulfamilo por cada núcleo ftalocianina de cobre, principalmente como sustitutivo 3'.

EJEMPLO 23.

30.

Se prepara una pasta de estampado, mezclando entre sí



126

Tinte obtenido como se describe a continuación	2 partes
Urea	15 "
Agua	48 "
Alginato sódico (solución acuosa al 5%)	35 "
	<hr/> 100 "

5.

En una solución que contenga 30 partes de sosa cáustica y 1.000 partes de agua, se empapan, a la temperatura ambiente, 100 partes de una tela de viscosa de tejido ligero. La tela se escurre a continuación en una calandra, para que su peso sea de 170 partes y

10.

se seca a 100°C. La tela se estampa con la pasta que acaba de describirse, y se seca sobre cilindros secadores calentados con vapor, que tengan una temperatura superficial comprendida entre 100 y 105°C., luego se aclara,

15.

se lava, se aclara y se seca como se describe en el ejemplo 1.

Se obtiene un estampado en color azul turquesa brillante, de excelente resistencia al lavado y al "crocking".

20.

El tinte usado en la pasta de estampado anterior, se obtiene como se describe en el párrafo final del ejemplo 20, pero usando 3 proporciones moleculares de beta-bromoetilamina en lugar de la beta-cloroetilamina.

EJEMPLO 24.

25.

Se prepara una pasta de estampado de la composición siguiente:

Tinte obtenido como se describe a continuación	3 partes
Urea	20 "
Agua	40,5 "
Alginato sódico (solución/acuosa al 5%)	35 "
carbonato sódico	1,5 "
	<hr/> 100,0 "

30.



239126

La pasta de estampado se aplica por estarcidor a la tela de algodón que a continuación se seca y trata en un horno o estufa durante 5 minutos a 150°C. La tela a continuación se aclara, se lava, se aclara y se seca como se describe en el ejemplo 1.

5.

Se obtiene un estampado en tono azul turquesa brillante, de excelente resistencia al lavado y al "crocking".

10.

El tinte usado en el ejemplo anterior, se obtiene como se describe en el párrafo final del ejemplo 1, pero utilizando ftalo-cianina de cobre ácido tri-4'-sulfónico, en lugar de la ftalocianina de cobre, aplicando el tratamiento con ácido clorosulfónico durante 4 horas a 120°C. y tratando el producto con 1,5 proporciones moleculares de beta-cloroetilamina.

15.

EJEMPLO 25.

Se prepara una pasta de estampado, de descarga, de la composición siguiente:

	Formaldehido sulfoxilato sódico	15 partes
20.	Monobencilsulfanilato sódico	5 "
	Cloruro de dimetil fenil bencil amonio sulfonado	5 "
	Carbonato sódico	4 "
	Pasta acuosa de óxido de zinc al 50%	10 "
	Goma tragacanto (solución acuosa al 7%)	61 "
		<hr/> 100 "

25.

La pasta de estampado se aplica por una máquina de estampar de rodillos a una tela de algodón tejida por el procedimiento descrito en el ejemplo 1, pero sustituyendo el tinte en aquél usado por el que se describe a continuación.

30.

74 D



230126

5. La tela estampada se seca, se trata con vapor a 100°C. durante 5 minutos, luego se aclara, se lava, se aclara y se seca como se describe en el ejemplo 1. Así se obtiene una tela con un dibujo en blanco sobre un fondo de color azul turquesa brillante, muy resistente al lavado.

El tinte usado en el ejemplo anterior, se obtiene como sigue:

10. Se calienta ácido ftalo-cianina de cobre tetra-4'-sulfónico, con ácido clorosulfónico durante 4 horas a 120°C., y la masada reacción se sumerge luego en agua con hielo. El precipitado se separa por filtración, se lava con agua y se agita durante 16 horas a 15°C. con una solución acuosa de 3 proporciones moleculares de beta-
15. bromoetilamina en presencia de bicarbonato sódico suficiente para mantener el pH entre 7 y 8. Se añade sal a continuación, y el precipitado se separa por filtración, se lava con lejía y se seca.

N O T A

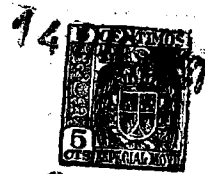
20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También
25. se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 14 de diciembre de 1956, nº 38.197, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento
30. y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años



239126

en España: "Procedimiento de teñido de materiales textiles celulósicos"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento de teñido de materiales textiles celulósicos, caracterizado por emplearse un tinte que contiene por lo menos un grupo solubilizante iónico y además y como mínimo un grupo de la fórmula $-SO_2R$ en la que R representa un grupo beta-cloroetilamino o un grupo beta-bromoetilamina, y por comprender el tratar los materiales textiles citados con el tinte y con un agente fijador de ácido.
10. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el tratamiento del material textil se realiza con un medio acuoso que contiene a la vez el tinte y el agente fijador de ácido.
15. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizado porque el material textil se impregna con una solución acuosa del tinte, que contiene también el agente fijador de ácido, y el material textil se calienta luego.
20. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la solución del tinte contiene un inhibidor de migración.
25. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la solución del tinte contiene urea.
30. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la etapa de caldeo se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre $100^{\circ}C.$ y $120^{\circ}C.$
- 7ª.- Procedimiento, según lo especificado en



239126

la reivindicación 2ª, caracterizado porque el medio acuoso es una pasta de estampado espesada.

5. 8ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 7ª, caracterizado porque el material textil estampado, se calienta o se trata con vapor.

9ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 7ª, caracterizado porque el agente espesador usado está exento de grupos hidroxilo de alcohol primario.

10. 10ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 9ª, caracterizado porque el agente espesador usado es el alginato sódico.

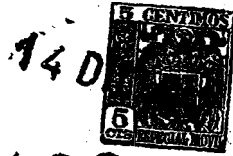
15. 11ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el material textil se trata primero con una solución acuosa del tinte, y luego con un agente fijador de ácido.

20. 12ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 11ª, caracterizado porque los tratamientos con el tinte y con el agente fijador de ácido, se realizan en el mismo medio.

13ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 12ª, caracterizado porque el medio se calienta a una temperatura comprendida entre 85ª y 100ªC.

25. 14ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el tratamiento con el tinte y con el agente fijador de ácido, se aplican en etapas separadas.

30. 15ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 14ª, caracterizado porque la primera etapa comprende un tratamiento con el tinte.



239126

- 16^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 15^a, caracterizado porque el tratamiento con el tinte se aplica impregnando el material textil en una solución acuosa de dicho tinte.
5. 17^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 16^a, caracterizado porque el material textil impregnado se seca antes de tratarse con el agente fijador de ácido.
10. 18^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 17^a, caracterizado porque la solución del tinte contiene urea.
- 19^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 17^a, caracterizado porque la solución del tinte contiene un inhibidor de migración.
15. 20^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 15^a, caracterizado porque el material textil se calienta después del tratamiento con el agente fijador de ácido.
20. 21^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 15^a, caracterizado porque el tratamiento con el tinte se aplica estampando el material textil con una pasta de estampado que contiene el tinte.
25. 22^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 21^a, caracterizado porque el material textil se calienta o trata con vapor después del tratamiento con el agente fijador de ácido.
30. 23^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 21^a, caracterizado porque el agente espesador está exento de grupos hidroxilo de alcohol primario.



239126

24º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 23ª, caracterizado porque el agente espesador usado es el alginato sódico.

5. 25º.- Procedimiento de teñido de materiales textiles celulósicos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de veintiseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 de diciembre de 1957.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. BÓMEZ ACEBO Y MORET
P.P.