

AÑO

Expediente núm.



245031

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

245031

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,
41, Abchurch Lane, Londres, Inglaterra. núm.

por:

"Procedimiento de tejido de materiales textiles".

Nº 10769

Agente Sr. Gómez-Acebo y Modet.

PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case No. D.13221.

245031



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de tejido de materiales textiles".

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

Este invento se refiere a un nuevo procedimiento de coloreado o tejido para materiales textiles y, más especialmente, a un nuevo procedimiento de coloreado o tejido para proporcionar materiales textiles tejidos, dotados de terminados que resistan el arrugado o la

5.

245031



contracción, o de un tacto modificado y que resisten a los tratamientos enérgicos de lavado.

- De acuerdo con este invento, se proporciona un procedimiento para el teñido de textiles, que comprende
5. el tratar el material textil con una solución acuosa que contenga una composición formadora de resinas, como a continuación se indica, y un catalizador ácido, el secar opcionalmente el material tratado y el desecar luego el material, caracterizado porque la solución acuosa contiene
 10. un tinte reactivo, según a continuación se define.
- Las composiciones formadoras de resinas, usadas en el procedimiento antes indicado, son composiciones conocidas por la literatura o utilizadas en la práctica para la obtención de materiales textiles dotados de terminados resistentes al arrugado o a la contracción, o de tacto modificado. Las composiciones formadoras de resinas,
15. comprenden las resinas epóxido, los poliisocianatos, los condensados de formaldehído con cresoles o con acroleína y, en especial, mezclas que comprendan los derivados
 20. metilolicos o éteres alquílicos inferiores de derivados de metilol de compuestos monómeros o polímeros que contengan una serie de grupos amino o amino mono-sustituídos, siendo dichos compuestos conocidos en la técnica o utilizados en la práctica para la formación de resinas
 25. por condensación con formaldehído. Los compuestos adecuados comprenden, por ejemplo, los compuestos monómeros de nitrógeno, tales como la urea, la tiourea, las ureas y tioureas sustituidas, las diciandiamida, la diciandiamidina, las biguanidas, las amidas, los carbamatos, los alofanatos
 30. y compuestos heterocíclicos, tales como amino triazinas, urones, ureínas, ureidos, imidazolidonas, triazonas e

245031



- contengan grupos amino, tales como el nylon, el poliacrolactam y poliacrilonitrilos modificados. Los tintes reactivos insolubles en agua, se utilizan principalmente para fibras artificiales que contengan grupos amino. Los
5. tintes reactivos, con preferencia, acusan una pequeña afinidad para dichos materiales, cuando se aplican en condiciones distintas de las que dan origen a reacción con el material, de modo que el tinte no reaccionado puede separarse fácilmente, por lavado, del material, después
10. de aplicar el procedimiento de teñido. Como ejemplos de clases de estos tintes que reaccionan con la fibra y corrientemente con la resina, pueden citarse los tintes que contienen un radical s-triazinilo, que incorpore uno o dos átomos de cloro o de bromo o grupos ácido sulfónico directamente unidos al anillo triazina; tintes
15. que contengan un radical pirimidilo que lleve uno o dos átomos de cloro o de bromo directamente unidos al anillo pirimidina, y tintes que contengan un radical beta-halógeno propionilo, beta-halógeno etilsulfonilo, beta-halogeno-etilsulfamilo, beta-sulfatoetilsulfonilo, beta-hidroxietil sulfonilo, cloro-acetilamino, beta-(clorometil)-beta-sulfato-etilsulfamilo, alquil-fosfito, o sulfon-fluoruro. Los tintes de estas clases pueden ser, por ejemplo, tintes
20. nitrados o tintes de las series azoica, antraquinónica o ftalocianinas, y pueden estar libres de metales o contener metal en formación compleja. Se describen ejemplos específicos de tintes adecuados en la patente nº 209.723 del Reino Unido, en sus ejemplos 1 y 2, en la patente del Reino Unido nº 298.494, en su ejemplo 1, y en las patentes
25. del Reino Unido núms. 460.224, 733.471, 740.533, 775.308,
- 30.



310

245031

772.030. 774.925, 780.591, 781.930, 785,120, 785,222 y 805.562 y en la German Auslegeschrift nº 1.008.313.

Como ejemplos de clases de tintes que reaccionan con la resina pueden citarse los tintes que contengan

5. núcleos triazínicos que contengan grupos hidróxilo, amino no sustituido, guanil-hidracida, semicarbazida o tiosemicarbazida, directamente acoplados a los grupos triazínicos. Los tintes monoazoicos específicos de estas clases, se han descrito en la memoria de la patente
10. británica nº 209.723, en su ejemplo 1, y en la patente norteamericana nº 2.768.158. La solución acuosa puede aplicarse al material textil por cualquier método conocido. Por ejemplo, puede aplicarse localmente para estampar el material textil con la solución acuosa en forma de una
15. pasta de estampado espesa, o puede aplicarse a toda la superficie del material textil sumergiendo dicho material, con preferencia empapándolo, en la solución acuosa.

Las soluciones acuosas utilizadas en el procedimiento a que este invento se refiere, pueden contener,

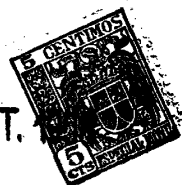
20. por ejemplo, entre 3% y 30% en peso, y con preferencia entre 5% y 20% en peso, de las composiciones formadoras de resinas, y, entre 0,1% y 5% en peso, preferentemente entre 0,5% y 2% en peso, de catalizador ácido, tal como es costumbre corriente para el tratamiento de materiales
25. textiles coloreados, para obtener terminados resistentes al arrugado o a la contracción, o de tacto modificado y buenas cualidades de caída.

Cuando la solución acuosa se aplica por empapado, pueden añadirse también pequeñas cantidades de otros

30. materiales utilizados en procesos de esta naturaleza, por

245031

31 OCT.



- ejemplo polihidroxi-compuestos, tales como alcohol polivinílico, éteres de celulosa, almidones o féculas y éteres de almidón o materiales preteínicos tales como caseína y gelatina que se añaden para modificar el tacto del material, y/o pueden añadirse agentes de superficie activa para favorecer la penetración de la solución acuosa en el material textil. Es posible también añadir agentes espesadores, siendo los preferidos los alginatos, tales como el alginato sódico y, más especialmente, emulsiones que pueden ser del tipo agua-en-aceite, o del tipo aceite-en-agua.
- 5.
- 10.

Cuando la solución acuosa se usa en forma de una pasta de estampado, puede contener los aditivos corrientes, especialmente los agentes de espesado, cuyos ejemplos se citan en el párrafo anterior.

15.

La cantidad de tinte para la solución acuosa añadida, dependerá del tono del color deseado, y normalmente estará comprendida entre 0,1% y 5% en peso de la solución.

20.

El material textil tratado se seca luego con preferencia, a una temperatura comprendida entre 75°C. y 125°C. La etapa de desecación, se lleva a cabo con preferencia a una temperatura superior a 130°C., pero inferior a 170°C. y, en especial, alrededor de 140°C., durante un período de hasta 15 minutos, con preferencia, entre 1 y 3 minutos.

25.

Si se desea, el material textil puede lavarse, por ejemplo con una solución caliente de jabón, para eliminar todo tinte y/o resina imperfectamente acoplados.

30.

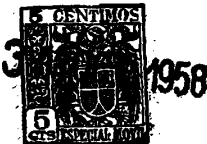
El procedimiento puede aplicarse a cualquier

245031

31



- material textil, por ejemplo materiales constituidos por proteínas animales, tal como lana y seda; proteínas regeneradas, materiales sintéticos tal como las poliamidas, poliuretanos, poliésteres, por ejemplo policondensados del
5. tipo de tereftalato de polietileno, o polímeros del tipo acetato de polivinilo, ésteres de celulosa, por ejemplo acetato de celulosa secundario, y acetato de celulosa, y es particularmente útil para el tratamiento de fibras vegetales, tales como algodón y lino, y celulosa regenerada,
10. tal como rayón viscosa.
- Las coloraciones obtenidas, especialmente las de tintes que contengan un grupo halógeno-g-triazina y, sobre todo, el grupo dicloro-g-triazina, son lisas, resistentes al lavado; el material textil posee la
15. propiedad deseada tal como el tacto modificado, buenas cualidades de caída, resistencia al arrugado y a la contracción, a la estabilidad de un terminado mecánico accesorio análogo al que se adquiere por calandrado o abullonado, es también resistente al lavado enérgico.
20. La resistencia al lavado es sorprendentemente elevada para un tratamiento tan sencillo, ya que con anterioridad se ha considerado necesario, para obtener un terminado de color resistente al lavado, aplicar el procedimiento de coloración en una fase separada del tratamiento destinado
25. a comunicar al material textil el terminado deseado. Además, la resistencia al lavado, resulta especialmente sorprendente en el caso de materiales textiles que contengan fibras vegetales y celulosa regenerada, dado que, en ausencia de la composición formadora de resina, es
30. necesario utilizar un álcali tal como el bicarbonato sódico,



245031

el carbonato sódico o la sosa cáustica, en el proceso de coloración o teñido, para obtener colores resistentes al lavado.

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

EJEMPLO 1.

10. Un tejido de popelín de algodón mercerizado, se empapa por derrame con una solución que contiene 5 partes de N:N'-dime-tilol-etileno-urea, 1 parte de hexahidrato de cloruro magnésico, y 0,2 parte de un agente de mojadura obtenido condensando óxido de etileno con un alcohol graso, 2 partes del tinte descrito en el ejemplo 1 de la memoria de la patente británica

15. nº 774.925 y 92 partes de agua. El tinte se escurre para que conserve su propio peso de solución, y luego se seca a 75°C. A continuación el tejido se calienta durante 3 minutos a 140°C., se enjuaga en agua caliente, se lava en solución débil de jabón durante 5 minutos a 50°C., se aclara con agua y se seca.

20. El tejido se tinte en un tono amarillo rojizo oscuro, resistente al lavado repetido y a la luz y de mejor resistencia al arrugado.

25. Si el tinte usado en el ejemplo anterior, se sustituye por 1 parte del tinte obtenido acoplado ácido dehidrotio-p-toluidino-disulfónico con fosfito dimetílico, se obtiene un tono amarillo verdoso pálido muy resistente al lavado y a la luz, siendo el tejido resistente al arrugado.

EJEMPLO 2.

30. Un tejido de popelín de algodón mercerizado, se



245031

empapa por derrame con una solución que contiene 5 partes de N:N'-dimetilol-etileno-urea, 1,5 parte de hexahidrato de cloruro magnésico, 0,2 parte de agente de mojadura obtenido condensando óxido de etileno con un alquil-fenol, 2 partes del tinte obtenido como se describe a continuación, y 91 partes de agua. El tejido se escurre, se seca, se calienta y se lava, como se ha descrito en el ejemplo 1.

5. El tejido se tife en tono rojo púrpura, resistente al lavado repetido y a la luz. El tejido adquiere un terminado completamente firme, elástico al tacto.

10. El tinte empleado en este ejemplo, puede obtenerse condensando cloruro cianúrico con una proporción molecular de ácido metanílico, y luego con una proporción molecular del complejo de cobre del compuesto moncazoico obtenido acoplado ácido 2-amino-fenol-4-sulfónico, diazotizado, en condiciones alcalinas, con ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico.

EJEMPLO 3.

20. Un tejido de popelín de algodón mercerizado, se empapa por derrame con una solución que contiene 9 partes de precondensado de melamina-formaldehído, 1 parte de tiocianato amónico, 0,2 parte del agente de mojadura usado en el ejemplo 1, 2 partes del tinte obtenido como se describe a continuación, y 90 partes de agua. El tejido se escurre, se seca, calienta y lava como se descrito en el ejemplo 1.

25. El tejido se tife en un tono rojo azulado obscuro, que es resistente al lavado; el tejido es dimensionalmente estable y acusa una ligera contracción durante el lavado repetido.

30.



245031

5. El tinte usado en este ejemplo, puede obtenerse condensando cloruro ciamúrico con una proporción molecular de anilina y luego con una proporción molecular del compuesto moncazoico obtenido acoplando ácido orto-nílico, diazotizado, en condiciones alcalinas, con ácido 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico.

EJEMPLO 4.

10. Una tela asargada de nylon se sumerge en una solución de 10 partes de precondensado modificado de urea formaldehído, 2 partes del tinte obtenido acoplando p-aminofenil-beta-sulfatoetil sulfona, con 1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona y 0,8 parte de tiocianato amónico, en 87,2 partes de agua. El tejido se escurre hasta que la cantidad de solución por él retenida es de
15. 65% del peso de la tela seca. El tejido se seca a 50°C. y luego se calienta a 150°C., durante 3 minutos. Así se comunica a la tela teñida un tacto rígido o áspero. Tanto el color como la rigidez del nylon se conservan al lavar en solución caliente de jabón.

20. EJEMPLO 5.

25. Una tela lisa de poliacrilonitrilo se sumerge en una solución de 10 partes de precondensado de melamina-formaldehído, 2 partes de ácido 2-(4'-cloracetilamino fenilazo)-naftaleno-4:8-disulfónico y 0,8 parte de tiocianato amónico en 87,2 partes de agua. El tejido se escurre hasta que la cantidad de solución por él retenida es el 50% del peso de la tela en seco, y se seca a 50°C. El tejido se calienta luego a 150°C durante 3 minutos.

30. La tela teñida, de poliacrilonitrilo, posee un tacto firme; el color y el tacto se conservan después de

245031

310



lavar en solución caliente de jabón.

EjemPlo 6.

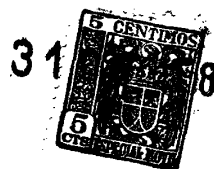
5. Se prepara una pasta para estampar, espesada con emulsión, agitando rápidamente una mezcla que contiene 16 partes de esencia mineral, 1 parte de una solución al 65% de una resina alquídica, modificada con aceite de ricino, en xileno, y 0,5 parte de un policondensado de óxido de etileno con un alcohol graso, y añadiendo a esta mezcla una solución que contenga 4 partes del tinte descrito
10. en el ejemplo 1 de la solicitud de patente británica nº 785.120, una parte de cloruro magnésico y 20 partes de N:N'-dimetilol-etileno-urea en 57,5 partes de agua. La pasta de estampado se aplica a una tela lisa de algodón, por medio de una máquina de estampar de rodillos,
15. en un dibujo a listas, y el estampado se seca y caldea a 140°C. durante 5 minutos.

20. Se obtiene un estampado en naranja brillante, resistente al lavado. Una parte del estampado se empapa con solución de hidróxido sódico de densidad 1,30, y se deja reposar durante 5 minutos a la temperatura ambiente; sin aplicar tensión alguna a la tela durante este período. El estampado se lava a continuación con agua caliente, se aclara en solución diluída y fría de ácido acético, se aclara nuevamente en agua y se seca.

25. Se obtiene un estampado a rayas color naranja brillante, que produce un efecto de "siroasa" al presentarse la contracción en las partes sin estampar, y no contraerse las partes estampadas. Los dibujos son resistentes al lavado y a la luz.

30.

245031



EJEMPLO 7.

5. Una tela tipo popelín de algodón mercerizado, se sumerge en una solución que contiene 6 partes de 4:5-dihidroxi-1:3-dimetilol-2-imidazolidona, 1,5 partes de cloruro magnésico hexahidratado, 2 partes del tinte obtenido acoplando ácido metanílico diazotizado con ácido 1-(diclorotriacilamino)-8-naftol-3,6-disulfónico y 90,5 partes de agua. El tejido se escurre hasta que la cantidad de solución por él retenida es el 80% del peso de la tela en seco, se seca a 50°C. y se calienta a 150°C. durante 3 minutos. Luego se lava en una solución al 0,1% de un detergente no-iónico, durante 5 minutos a 80°C., se aclara con agua y se seca.

10. El tejido teñido posee una buena resistencia al lavado y a la luz y tiene una resistencia mejorada al arrugado.

EJEMPLO 8.

15. Si en el ejemplo 7, la 4:5-dihidroxi-1:3-dihidroxi-2-imidazolidona, se sustituye por un peso igual de tetrametilol-acetileno-diurea, y el tinte se sustituye por el obtenido acoplando 4-metoxi-2-sulfo-anilina, diazotizada, con ácido 2-(diclorotriazinilamino)-5-naftol-7-sulfónico, se obtiene un teñido en rojo resistente al lavado y a la luz y de buena resistencia al arrugado.

EJEMPLO 9.

20. Una tela ^{lisa} de algodón mercerizado, se sumerge en una solución que contiene 5 partes del tinte obtenido como se describe a continuación, 10 partes de un precondensado de melamina-formaldehído, y una parte de tiocianato

25.

30.

245031



amónico en 100 partes de solución acuosa y luego se escurre hasta que su peso es doble del de la tela primitiva. El tejido se seca luego a 50°C. y se calienta a 150°C. durante 3 minutos. La tela teñida es de color azul turquesa brillante y posee buena resistencia al lavado y al arrugado.

5.

El tinte usado en este ejemplo puede obtenerse calentando ftalocianina de cobre con ácido clorosulfónico, a 140°C. durante 4 horas, y condensando el sulfocloruro de ftalocianina de cobre resultante, con dos proporciones moleculares de 2-cloroetilamina.

10.

EJEMPLO 10.

5 partes de 4:4-diisocianato de difenilmetano, disueltas en 2,5 partes de xileno, se emulsionan en 50 partes de una solución acuosa que contiene 2 partes de un agente de emulsión (constituído por un producto de policondensación de óxido de etileno con un alcohol graso) y 0,5 parte del tinte obtenido acoplando anilina diazotizada con ácido 1-diaminotriazinilamino)-8-naftol-3,6-disulfónico. Se empapa una tela lisa de algodón con la emulsión resultante, se seca a 50°C. y luego se calienta a 150°C. durante 10 minutos. El material resultante tiene un terminado rígido y queda teñido en tono rojo, resistente al lavado.

15.

20.

25.

EJEMPLO 11.

Si el tinte usado en el ejemplo 1 se sustituye por 2 partes del tinte obtenido acoplando p-aminofenil-beta-hidroxietil-sulfona, diazotizada, con ácido 1-acetilamino-8-naftol-3:6-disulfónico, se obtiene un tono rojo brillante extremadamente resistente al lavado enérgico.

30.

31 OCT



245031

EJEMPLO 12.

5. Si el tinte del ejemplo 1 se sustituye por 2 partes de ácido 2-(4'-cloro-acetilamino-2'-metilfenilato)-naftaleno-4,8-disulfónico, se obtiene un tono amarillo muy resistente al lavado energético.

EJEMPLO 13.

10. Si el tinte del ejemplo 1 se sustituye por 2 partes del tinte obtenido acoplado anilina diazotizada con ácido 1-(dihidroxitriazinilamino)-8-naftol-3,6-disulfónico, se obtiene un tinte rojo brillante muy resistente al lavado.

EJEMPLO 14.

15. Si el tinte del ejemplo 1 se sustituye por 2 partes del tinte obtenido condensando bis-clorometil-1,4-bis(2',4'-dimetil-6'-bromoanilino)-antraquinona con dos proporciones moleculares de dietanolamina y sulfatando el compuesto resultante para obtener el derivado bis- $\left[\text{di(sulfatoetil)aminoetileno} \right]$ de 1,4-bis(2',4'-dimetil-6'-bromo-anilino)-antraquinona, se obtiene un tono azul brillante muy resistente al lavado,

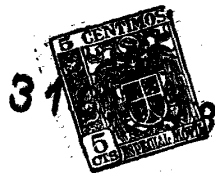
EJEMPLO 15.

25. Si el tinte del ejemplo se sustituye por 2 partes del tinte obtenido acoplado 4-(3'-cloro-2'-hidroxi)-propoxianilina, diazotizada, con ácido 2-amino-6-naftol-8-sulfónico, en condiciones ácidas, se obtiene un color rojo ladrillo, muy resistente al lavado.

EJEMPLO 16.

Se prepara una pasta de estampar, de la composición siguiente:

245031



	Acido 1-amino-4-(3'-sulfatoetilsulfoanilino) antraquinona-2-sulfónico	2 partes
	Precondensado de melamina-formaldehido	2 "
	Agua	51 "
5.	Alginato sódico (solución al 5%)	35 "
	Tiocianato amónico (solución al 50%)	2 "
		<hr/> 100 "

10. La pasta de estampar se aplica a una tela de algodón que se seca y se calienta a 140°C. durante 5 minutos. La tela estampada se enjuaga y se trata con solución diluída de jabón, a ebullición durante 5 minutos, y finalmente se aclara con agua y se seca.

15. La tela queda teñida de azul brillante en las zonas estampadas, y posee un tacto firme. El terminado y el color son muy resistentes al lavado.

EJEMPLO 17.

Se prepara una pasta de estampar de la composición siguiente:

20.	5-nitro-1,4-di(3'-cloro-2'hidroxi propilamino) antraquinona	1 parte
	Precondensado de tiourea-formaldehido	10 partes
	Agua	27 "
	Goma cristal Nafka (solución al 30%)	60 "
	Tiocianato amónico (solución al 50%)	2 "
		<hr/> 100 "

25. La pasta se aplica a una tela asargada de nylon, por medio de una máquina de estampar de rodillos, y los dibujos estampados se calientan a 140°C. durante 5 minutos.

30. Luego se enjuagan en agua y se tratan durante 5 minutos en solución de jabón diluída, a 60°C., se aclaran con agua y se secan.



245031

Los estampados azul brillante así obtenidos son resistentes al lavado y las zonas estampadas poseen un rizado atractivo análogo al papel ondulado un buen tacto y son muy resistentes al lavado.

4.

N O T A

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

10.

se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 22 de noviembre de 1957, nº 36.430 acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los convenios internacionales en 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 de teñido de materiales textiles"; caracterizándose por lo siguiente:

15.

20.

1º.- Procedimiento de teñido de materiales textiles, caracterizado por comprender el tratar el material textil con una solución acuosa que contenga (1) una composición formadora de resinas, conocida por la literatura o usada en la práctica para la producción de materiales textiles dotados de un terminado resistente al arrugado o a la contracción, o de tacto modificado,

25.

(2) un catalizador ácido y (3) un tinte que contenga un átomo halógeno reactivo u otro grupo capaz de reaccionar con la resina o fibra de tal modo que el tinte se una a la resina o fibra mediante un enlace covalente, secando opcionalmente el material tratado y calentándolo luego.

30.

245031³¹⁰



- 2^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque el tinte usado es soluble en agua y contiene un grupo halógeno-g-triazina.
5. 3^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque el tinte usado es soluble en agua y contiene un grupo dicloro-g-triazina.
- 4^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque el material textil contiene fibras vegetales o de celulosa regenerada.
10. 5^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque la etapa de calefacción se lleva a cabo a una temperatura superior a 130^oC. pero inferior a 170^oC. durante un período de hasta 15 minutos.
15. 6^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque la etapa de calefacción se lleva a cabo a una temperatura de unos 140^oC. durante un período de 1 a 3 minutos.
20. 7^a.- Procedimiento de tejido de materiales textiles; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEVEDO Y MODET
P.P.

31 OCT. 1958