

270631



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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR MEZCLAS DE FIBRAS DE POLIESTER Y FIBRAS NITROGENADAS NATURALES", a favor de la firma suiza CIBA SOCIEDAD ANONYMA, domiciliada en BASILEA (Suiza).

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. En el teñido de mezclas a base de fibras de poliéster y lana según el procedimiento tintóreo llamado "de los dos baños", por el que en un primer baño tintóreo se tiñe la porción de poliéster con colorantes de dispersión del género de los colorantes para seda de acetato y luego en un segundo baño tintoreo se tiñe la porción de lana con colorantes para lana, una parte de los colorantes de dispersión, como se sabe, se difunde siempre superficialmente a la lana y la ensucia así de manera indeseable. A causa de

10. este ensuciamiento de la lana por los colorantes de dis-



2003

persión, que no es sólido a la mojadura, a la luz ni al frote, la tintura del hilado mixto experimenta una influencia desfavorable en sus propiedades generales de solidez.

5. Se ha propuesto ya, en consecuencia, efectuar después del teñido de la porción de poliéster y antes del teñido de la porción de lana una purificación intermedia de la porción de lana ensuciada con el colorante de dispersión, en la que las mezclas de poliéster y lana se tratan con baños purificadores que contienen sulfoxilato formaldehídico de sodio o de cinc. Por medio de una purificación intermedia reductora de esta clase, pueden volver a eliminarse en cierto modo, según los tipos de colorante empleado, los colorantes de dispersión adheridos a la porción de lana, y, en efecto, el efecto purificador cuando se emplean colorantes de dispersión de la serie azoica es por lo general mejor que cuando se emplean colorantes de dispersión antraquinoides, pues en el caso de estos últimos el ensuciamiento de la lana no se elimina, sino que únicamente se cambia de tonalidad, lo que puede hacer imposible una tinción consecutiva de la lana al matiz existente en la porción de poliéster. Como además, a pesar de lavado a fondo y de tratamiento posterior con solución de superóxido de hidrógeno, la mayor parte de las veces quedan en la fibra restos del agente reductor, en el teñido consecutivo de la porción de lana los colorantes para lana, sensibles a la reducción, pueden ser destruidos, por lo menos en parte, y pueden presentarse variaciones indeseables del matiz y de las propiedades de solidez.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

30. También en la tinción de mezclas a base de fibras de poliéster y, por ejemplo, lana según el procedimiento tintóreo llamado "del baño único", por el cual las mezclas se tiñen con ayuda de un solo baño tintóreo, que contiene



270631

tanto los colorantes de dispersión apropiados para teñir la porción de poliéster y los agentes auxiliares, como el colorante para lanas apropiado para teñir la porción de lana, es sabido que siempre una parte de los colorantes de dispersión se difunden superficialmente a la lana y la ensucian de manera indeseable. Por lo tanto, en este procedimiento tintóreo del baño único la porción de lana se purifica al final del proceso tintóreo, en un baño fresco, de los colorantes de dispersión adheridos.

5.

10.

Ahora se ha descubierto que la tinción de mezclas a base de fibras de poliéster y fibras nitrogenadas naturales por el procedimiento del baño único o por el procedimiento de los dos baños proporciona resultados sumamente buenos si, para la purificación de la porción compuesta de fibras nitrogenadas naturales, ensuciada con el colorante de dispersión, se utilizan productos de reacción a base de ácidos grasos de peso molecular elevado y oxialquilaminas, así como eventualmente óxido de etileno.

15.

20.

El invento que aquí se expone se refiere por lo tanto a un procedimiento para teñir mezclas a base de fibras de poliéster y fibras nitrogenadas naturales, como la seda o en particular la lana, en el que la porción de poliéster se tiñe con colorantes de dispersión y la porción compuesta de fibras nitrogenadas naturales se tiñe con colorantes para lana, y se efectúa en medio acuoso una purificación de la porción compuesta de fibras nitrogenadas naturales y teñida con el colorante de dispersión; el cual procedimiento se caracteriza por el hecho de que en concepto de agente purificador para eliminar el ensuciamiento se emplean productos de reacción a base de ácidos grasos de

25.

30.



270631

peso molecular elevado y oxialkilaminas, así como, eventualmente, óxido de etileno.

5. En una modalidad de realización del invento aquí expuesto, las mezclas de fibras de poliéster y fibras nitrogenadas naturales, como la seda o en particular la lana, se tiñen por el procedimiento tintóreo de los dos baños, en que la purificación de la porción ensuciada se efectúa como purificación intermedia con los productos de reacción indicados, después de teñir la porción de poliéster con colorantes de dispersión y antes de teñir la porción compuesta
10. de fibras nitrogenadas naturales con colorantes para lana. La tinción de la porción de poliéster, que en 100 partes de mezcla de poliéster y lana puede ser, por ejemplo, de 45 a 60 partes, se efectúa según el método usual para las
15. fibras de poliéster al 100%, con colorantes de dispersión de la clase de los colorantes para seda de acetato, con adición de agentes auxiliares de débil poder hinchante, los llamados "carriers", como por ejemplo el difenilfenol, el orto- o para-fenilfenol, la difenilamina, los hidrocarburos
20. halogenados como el clorobenceno, los ácidos carboxílicos aromáticos o sus ésteres alquílicos, aralkílicos o arílicos, como el ácido benzoico, el ácido salicílico, el éster metílico del ácido benzoico o salicílico, etc., y para mayor conveniencia también dispersantes eficaces. Después de la tinción de la porción de poliéster, las mezclas
25. de poliéster y lana, que pueden presetarse por ejemplo en forma de géneros hilados, tejidos o de punto, se enjuagan a fondo. La purificación intermedia consecutiva de la porción de lana ensuciada con el colorante de dispersión se
30. efectúa convenientemente tratando las mezclas de poliéster



y lana, durante algún tiempo, por ejemplo de 15 a 30 minutos, a temperaturas elevadas de unos 50 a 100°, con baños acuosos que contienen los productos de reacción nitrogenados de la clase indicada en cantidad de 1 a 3 g aproximadamente por litro.

5.

Después del enjuague, se tiñe en un segundo baño tintóreo, con los métodos de tinción usuales para la lana, la porción de lana con colorantes para lanas apropiados.

10.

Aquí entran en consideración los colorantes usuales, por ejemplo los colorantes ácidos para lanas, los colorantes cromados, los compuestos complejos de cromo de colorantes monoazoicos en que un átomo de cromo está unido en complejo a una molécula de colorante azoico, o colorantes reactivos solubles en agua. Colorantes para lanas sumamente apropiados son, por ejemplo, los compuestos metálicos complejos,

15.

de preferencia los compuestos complejos crómicos o cobálticos de colorantes monoazoicos en que un átomo de los metales mencionados está unido en complejo a dos moléculas de colorantes azoico y la molécula del compuesto complejo carece de grupos de ácido carboxílico y ácido sulfúrico o

20.

contiene a lo sumo un sólo de tales grupos. Con estos colorantes se tiñe la lana por lo general, como es sabido, en baño débilmente ácido, por ejemplo en baño de ácido acético a neutro.

25.

En otra modalidad de realización de este invento, las mezclas de fibras de poliéster y fibras nitrogenadas naturales, como la seda o en particular la lana, se tiñen por el procedimiento tintóreo del baño único, y entonces la purificación de la porción ensuciada se efectúa al final del proceso tintóreo, como purificación ulterior, con los

30.



productos de reacción ya indicados.

La purificación ulterior de la porción de lana ensuciada con el colorante de dispersión se efectúa convenientemente tratando las mezclas de poliéster/lana teñidas, a temperaturas elevadas de unos 50 a 80° y durante algún tiempo, por ejemplo 15 a 30 minutos, con baños acuosos que contengan los productos de reacción de la clase antes indicada, en cantidad de 1 a 3 g aproximadamente por litro.

Conforme al invento, para la purificación de la porción compuesta de fibras nitrogenadas naturales y ensuciada con el colorante de dispersión se emplean productos de reacción a base de ácido grasos de peso molecular elevado y oxialkilaminas, así como eventualmente óxido de etileno.

Por ejemplo, sin empleo conjunto del ácido de etileno se pueden preparar tales productos a base de ácidos grasos de peso molecular elevado, de preferencia los que tienen unos 12 átomos de carbono, y oxialkilaminas, como la trietanolamina o, de preferencia, la dietanolamina, en cuyo caso la reacción se efectúa de modo que la proporción cuantitativa molecular entre la oxialkilamina y el ácido graso sea mayor que 1, por ejemplo 2:1 aproximadamente. Tales compuestos están descritos en la patente norteamericana 2.089.212.

En la preparación de productos de reacción a base de ácidos grasos y oxialkilaminas con empleo conjunto de óxido de etileno, la proporción cuantitativa entre la oxialkilamina utilizada para la reacción y el ácido graso de peso molecular elevado utilizado para la reacción puede ser 1 o mayor de 1, por ejemplo 2:1 aproximadamente. El óxido de etileno se dosifica ventajosamente de modo que la proporción cuantitativa molecular entre el ácido graso utilizado



27063

para la reacción y el ácido de etileno utilizado para la reacción sea aproximadamente de 1:2 a 1:15.

5. El orden de sucesión de las reacciones de los tres materiales de partida, a saber, el ácido graso, la oxialkilamina y el óxido de etileno, es de sí indiferente. Por ejemplo, pueden lograrse resultados valiosos si a uno de los productos de reacción más arriba mencionados, a base de un ácido graso y una oxialkilamina, se adiciona ulteriormente óxido de etileno.

10. Pero también se puede adicionar óxido de etileno a una oxialkilamida de ácido graso, como la que se obtiene por reacción de un ácido graso con una oxialkilamina en la proporción molecular 1:1, y el producto de adición obtenido hacerse reaccionar con una oxialkilamina, para mayor conveniencia también en la proporción molecular 1:1. Asimismo pueden obtenerse buenos resultados si, en lugar de efectuar la reacción últimamente mencionada (que se efectúa convenientemente a temperatura elevada, por ejemplo de 130 a 160° durante algunas horas), se añade con toda sencillez una oxialkilamina al producto de adición de alquilolamida de ácido graso y óxido de etileno.

15. También los productos que se preparan con empleo conjunto de óxido de etileno entran en consideración como ácidos grasos el ácido caprílico, el ácido esteárico, el ácido oleico y en particular el ácido de grasa de coco, por ejemplo, y como oxialkilamina son aptas la trietanolamina, la dioxietilendiamina y en particular la dietanolamina, además de mezclas de estas aminas.

20. Como ejemplos de producto sumamente aptos para el procedimiento aquí expuesto, cabe señalar el producto que

30.



410031

5. se obtiene a base de 1 mol de ácido de grasa de coco y 2 moles de dietanolamina, con desdoblamiento de 1 mol aproximadamente de agua, y el producto que se obtiene por adición de 2 o 9 moles de ácido de etileno a 1 mol de (di-oxietil)-amida de ácido de grasa de coco y reacción del producto de adición con dietanolamina en la proporción molecular 1:1.

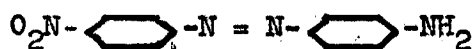
10. En los ejemplos que siguen las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas, igual que en la descripción que precede, están registradas en grados Celsius.

EJEMPLO 1.

Tinción de la porción de poliéster:

15. 100 partes de un hilado mixto compuesto de 50 partes de lana y 50 partes de material fibroso de poliéster (fibras de éster glicólico del ácido politereftálico) se tratan a 50°, durante 15 minutos, en un baño que contiene 1000 partes de agua, 1 a 2 partes de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazoldisulfónico y 3 partes a 5 partes de fosfato de diamonio. Luego se añaden al baño 3 a 5 partes de o-oxidifenilo en forma de sal sódica y se mantiene la temperatura a 50° durante 15 minutos, A continuación se añade al baño una mezcla bien dispersada que contiene 0,5 partes del colorante de dispersión de la fórmula

25.

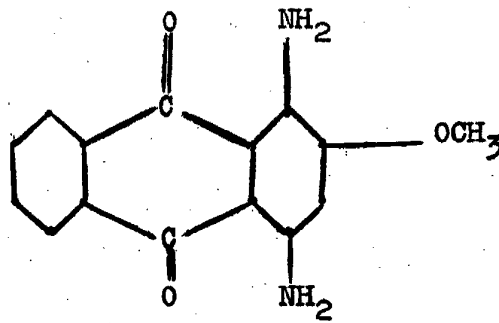


0,12 partes de colorante de dispersión de la fórmula

= 9 =

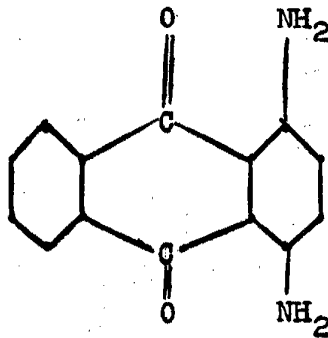


5.



y 0,14 partes del colorante de dispersión de la fórmula.

10.



15.

y se diluye el baño tintóreo con agua hasta 4000 partes. En el curso de 1/2 hora se lleva el baño tintóreo hasta ebullición y se tinte a temperatura de ebullición durante 1 hora a 1 1/2 horas. Luego se enjuaga en caliente y en frío.

20.

Purificación intermedia:

El hilado mixto, bien enjuagado, y cuya porción de poliéster está teñida de color pardo rojizo mientras su porción de lana se ha ensuciado con los colorantes de dispersión, se pasa ahora a un baño purificador compuesto de 1000 partes de agua y 2 partes del producto de reacción cuya preparación se describe más abajo. En el curso de unos 30 minutos se lleva el baño hasta ebullición y durante 30 minutos se le mantiene a esta temperatura. Luego se enjuaga en caliente y en frío.

30.

Con este tratamiento se elimina considerablemente el ensuciamiento de la lana.

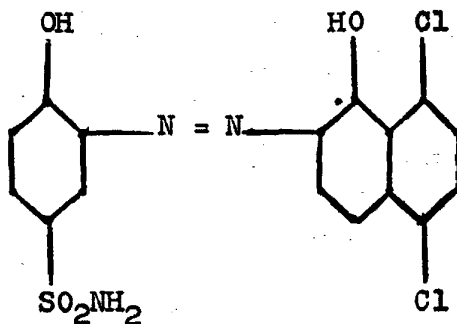


# 270631

Tinción de la porción de lana:

0,12 partes del compuesto complejo cobáltico que contiene por 1 átomo de cobalto 2 moléculas del colorante azoico de la fórmula

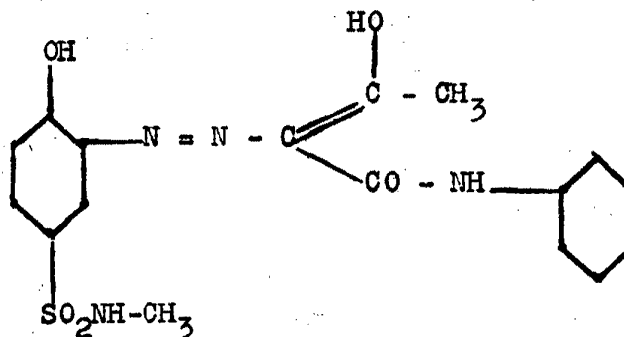
5.



10.

0,18 partes del compuesto complejo cobáltico que contiene por 1 átomo de cobalto 2 moléculas del colorante azoico de la fórmula

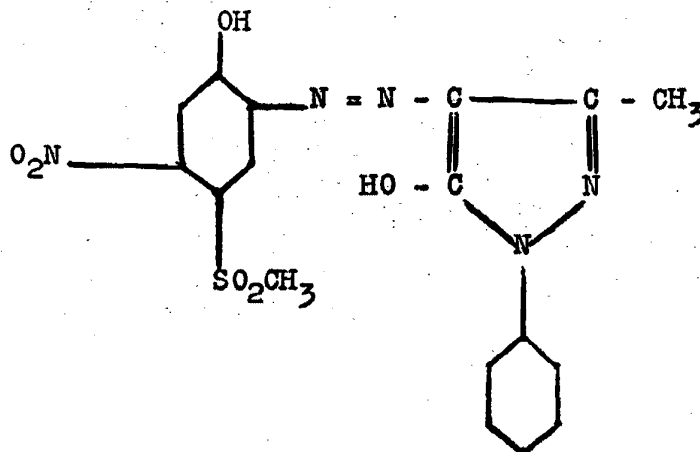
15.



20.

y 0,7 partes del compuesto complejo crómico que contiene por 1 átomo de cloro 2 moléculas del colorante azoico de la fórmula

25.



30.



270821

se disuelven en 4000 partes de agua, y en el baño tintóreo así obtenido se introduce a temperatura de 40 a 50° el hilado mixto. Luego se añaden 4 partes de sulfato amónico, se lleva en el curso de 1/2 hora hasta ebullición y se

5. tiñe hirviendo durante 3/4 hora. Por último, se enjuaga el hilado mixto con agua fría y se le seca.

El hilado mixto así tratado tiene una buena tinte rojo pardusco de tonos equilibrados y que presenta gran resistencia a la mojadura, a la luz y a la frotación.

10. El producto de reacción empleado para la purificación intermedia puede prepararse de la manera siguiente:

En un matraz redondo de 1 litro de capacidad, con refrigerador descendente y colector, se depositan 330 g de ácido de grasa de coco (1,5 moles), 345 g de dietanolamina (3,35 moles) y 1,5 g de ácido p-toluensulfónico. Se expulsa el aire del matraz por medio de nitrógeno y se calienta a una temperatura interna de 160 a 165°. Se mantiene esta temperatura hasta que en el colector, enfriado con hielo, se han recogido 27 a 28 g de agua (1,5 moles), lo que ocurre al

15. cabo de unas 4 horas.

20.

Después de enfriar, se obtienen 644 a 645 g de un líquido teñido de un color pardo débil, que se disuelve en agua con perfecta limpidez.

E J E M P L O 2.

25. Tinción de una mezcla de poliéster y lana por el procedimiento tintóreo del baño único

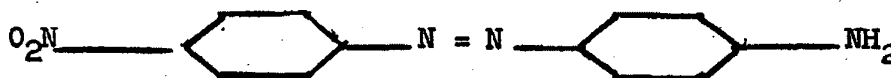
100 partes de un hilado mixto compuesto de 50 partes de lana y 50 partes de material fibroso de poliéster (fibras de éster glicólico del ácido politereftálico)

30. se tratan a 50°, durante 10 minutos, con un baño que contiene 1000 partes de agua, 4 partes de éster metílico del

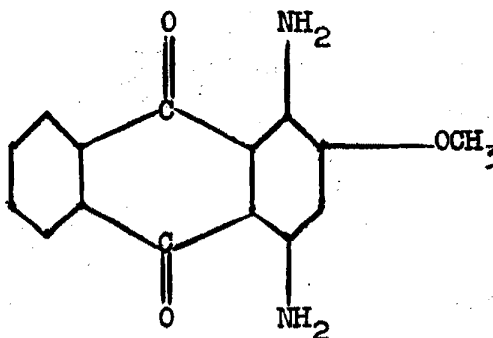


270631

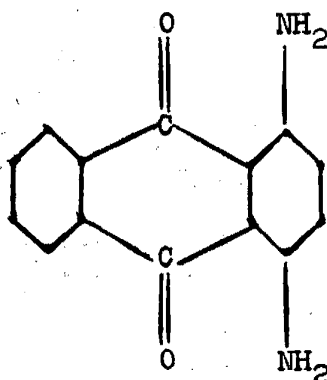
ácido salicílico y 1 parte de sal sódica del ácido N-bencil-  
mu-heptadecilbenzimidazol-disulfónico y se ajustan a pH 5  
con ácido acético al 40%. A continuación se añaden al baño  
una mezcla, bien dispersada, que contiene 0,5 partes del  
5. colorante de dispersión de la fórmula



10. 0,12 partes del colorante de dispersión de la fórmula



15. y 0,14 partes del colorante de dispersión de la fórmula



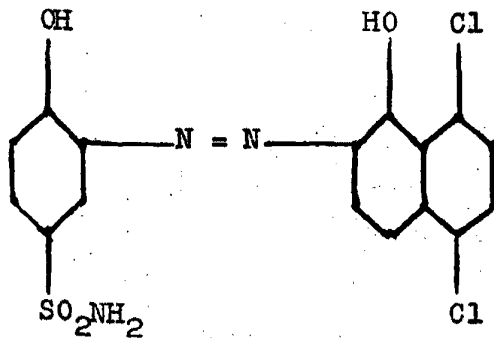
20. y una solución de colorantes que contiene 0,12 partes del  
compuesto complejo cobáltico que presenta por 1 átomo de  
25. cobalto 2 moléculas del colorante azoico de la fórmula

30.

210031



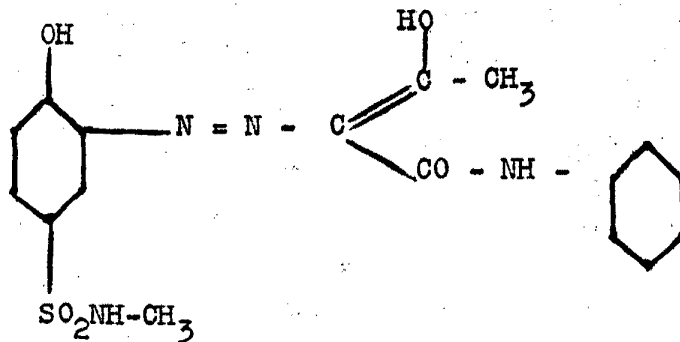
5.



10.

0,18 partes del compuesto complejo cobáltico que presenta por 1 átomo de cobalto 2 moléculas del colorante azoico de la fórmula

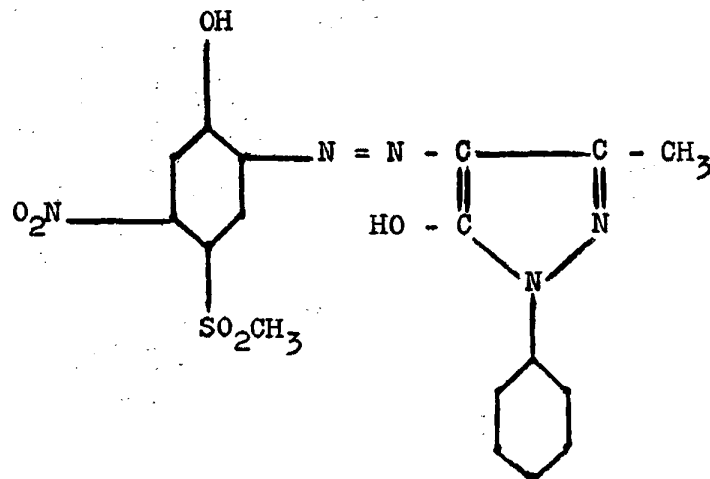
15.



20.

y 0,7 partes del compuesto complejo crómico que presenta por 1 átomo de cromo 2 moléculas del colorante de la fórmula

25.



30.

270631



A continuación se diluye el baño tintóreo con agua hasta 4000 partes y luego se lleva la temperatura, en el curso de 30 minutos, de 50° a la temperatura de ebullición. Se tiñe durante una hora a esta temperatura. Luego se enjuaga en caliente y en frío.

5.

Purificación ulterior:

El hilado mixto, bien enjuagado, se pasa seguidamente, a 50°, a un baño purificador compuesto de 1000 partes de agua y 2 partes del producto de reacción cuya preparación se ha descrito en el ejemplo 1. Se lleva el baño despacio de 50° a 80° y se le mantiene durante 30 minutos a esta temperatura. Luego se enjuaga en caliente y en frío.

10.

El hilado mixto así tratado posee una buena tintura rojo pardusca de tonos igualados y que presenta gran resistencia a la mojadura, a la luz y al frote.

15.

E J E M P L O 3.

Se procede tal como se ha descrito en los ejemplos 1 ó 2, pero para la purificación intermedia y respectivamente para la purificación ulterior se emplea, en lugar del producto de reacción allí indicado, la misma cantidad de uno de los productos A, B o C que a continuación se exponen. De esta manera se obtienen hilados mixtos teñidos que poseen propiedades igualmente buenas que los hilados mixtos tratados según los ejemplos 1 y 2.

20.

El producto A se puede preparar de la manera siguiente:

25.

En un matraz redondo de 1/2 litro de capacidad, con refrigerador descendente, agitador y colector, se mantienen a temperatura de 160 a 165° 220 g de ácido de grasa de coco (1,0 mol), 108 g de dietanolemina (1,05 moles) y 1 g de ácido p-toluensulfónico, hasta que en el colector, enfriado con hielo, se han reunido 18 g de agua.

30.



El producto de condensación obtenido se hace reaccionar seguidamente, a temperatura de 150 a 160° y en presencia de 1% de sodio finalmente dividido, con 2 moles de óxido de etileno. Luego, 40 g (0,1 mol) del aducto se mantienen durante una hora a temperatura de 140 a 150° con 12,5 g de dietanolamina.

El producto B puede prepararse de la manera siguiente:

En un matraz redondo de 1/2 litro de capacidad, con agitador, refrigerador descendente y colector, se mantienen a temperatura de 160 a 165° 220 g de ácido de grasa de coco (1,0 mol), 108 g de dietanolamina (1,05 moles) y 1 g de ácido p-toluensulfónico, hasta que en el colector, enfriado con hielo, se han reunido 18 g de agua.

El producto obtenido se hace reaccionar luego, a temperatura de 150 a 160° y en presencia de 1% de sodio finalmente dividido, con 9 moles de óxido de etileno.

El producto C se puede obtener de la manera siguiente:

71 g del producto B antes mencionado (0,1 mol) se mantienen a temperatura de 140 a 150°, durante una hora, con 12 g de dietanolamina.

En lugar de calentar, es también posible mezclar ambos componentes a temperatura ambiente (alrededor de 20°) y dejarlos reposar luego durante algunas horas.



N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las patentes suizas Nº 10 414/60 del 14 de septiembre de 1.960, Nº 12 817/60 del 16 de noviembre de 1.960 y Nº 8539/61 del 20 de julio de 1.961, existiendo en todas ellas unidad de invención.

5. 1. Procedimiento para teñir mezclas de fibras de poliéster y fibras nitrogenadas naturales, como la seda, y en particular, la lana, en el que la porción de poliéster se tiñe con colorantes de dispersión y la porción constituida por las fibras nitrogenadas naturales se tiñe con colorantes para lana, al paso que se efectúa en medio acuoso una purificación de la porción constituida por fibras nitrogenadas naturales contaminada por el colorante de dispersión, el cual procedimiento se caracteriza por el hecho de que en concepto de agentes de purificación para eliminar la contaminación se emplean productos de reacción de ácidos grasos de peso molecular elevado y oxialquilaminas, así como eventualmente óxido de etileno.

10. 15. 20. 25. 2. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que las mezclas se tiñen por el método tintóreo de los dos baños y la purificación de la porción contaminada, por medio de los productos de reacción ya indicados, se efectúa después del teñido de la porción de poliéster con los colorantes de



dispersión y antes del teñido de la porción constituida por las fibras nitrogenadas naturales con los colorantes para lanas, como purificación intermedia.

5. 3. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que las mezclas se tiñen por el método tintóreo del baño único y la purificación de la porción contaminada, por medio de los productos de reacción ya indicados, se efectúa al final de la operación tintórea, como purificación ulterior.
10. 4. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que se tiñen de la manera indicada mezclas de poliéster y lana.
15. 5. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1, 2 y 4, caracterizado por el hecho de que se emplean baños acuosos que contienen por litro de 1 a 3 g de producto de reacción del tipo indicado y el tratamiento se efectúa a temperaturas elevadas, de 50 a 100° aproximadamente.
20. 6. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1, 3 y 4, caracterizado por el hecho de que se emplean baños acuosos que contienen por litro de 1 a 3 g de producto de reacción del tipo indicado y el tratamiento se efectúa a temperaturas elevadas, de 50 a 80° aproximadamente.
25. 7. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que en concepto de agente de purificación se emplean productos que se obtienen por reacción de ácido grasos de peso molecular elevado con oxialquilaminas, en una proporción mo-
- 30.

270631



lecular de 1:2 aproximadamente.

5. 8. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que en concepto de agente de purificación se emplea el producto obtenible a base de 1 mol de ácido de grasa de coco y 2 moles de dietanolamina, con desdoblamiento de 1 mol aproximadamente de agua.
10. 9. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que en concepto de agente de purificación se emplean productos de reacción de ácidos grasos de peso molecular elevado, oxialquilaminas y óxido de etileno, siendo la proporción cuantitativa molecular entre la oxialquilamina utilizada en la reacción y el ácido graso utilizado en la reacción de 1:1 o 2:1 aproximadamente.
15. 10. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 6 y 9, caracterizado por el hecho de que en concepto de agente de purificación se emplea un producto que se obtiene si, a la (di-oxietil)-amida de ácido de grasa de coco obtenible por reacción de 1 mol de ácido de grasa de coco con 1 mol de dietanolamina, se adicionan 2 a 9 moles de óxido de etileno y se hace reaccionar el producto de la adición con dietanolamina en la proporción molecular de 1:1.
20. 11. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 6 y 9, caracterizado por el hecho de que en concepto de agente de purificación se emplea un producto que se obtiene si se hace reaccionar 1 mol de ácido de grasa de coco con 1 mol de dietanolamina y al producto de la reacción se le añaden 9 moles de óxido de etileno.
25. 30.

27063



12. Procedimiento para teñir mezclas de fibras de poliéster y fibras nitrogenadas naturales.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 19 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

5.

Barcelona para Madrid, a 13 de septiembre de 1961.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JANU. 1962  
P. P.