

282697 282697

PATENTE DE INVENCION

SC. 2.115



Memoria Descriptiva

sobre:

"Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas".

== ==

Solicitante: SOCIÉTÉ RHODIACETA, entidad francesa, residente en:
21, rue, Jean Goujon, PARIS, Francia.

== ==

Este invento tiene por objeto un procedimiento nuevo de coloración de artículos a base de poliamidas, que permite obtener matices bien unidos y uniformes, vivos y perfectamente sólidos o resistentes, sin alteración del material, así como una nueva composición que permite la puesta en práctica de éste procedimiento.

22 NOV



Es conocido el teñir con colorantes de tipo ácido, los artículos textiles de poliamidas, añadiendo al baño de teñido productos de tipo aniónico y también productos de tipo ligeramente catiónico.

5. Así se obtienen matices uniformes y exentos de rayas o listas.

Es también conocido el tratar los artículos textiles de poliamidas en medio acuoso, a temperaturas superiores a 100°C, en presencia de un producto reductor que contenga azufre. Este procedimiento permite evitar el amarilleado de las poliamidas por tratamiento acuoso a temperatura elevada, y por este hecho, el empañado de los coloridos, y la degradación del material teñido.

15. Se ha descubierto, y ello lo que constituye el objeto de este invento, un nuevo procedimiento de coloración de artículos de poliamidas, que permite obtener resultados todavía mejores, y no logrados hasta ahora.

20. El procedimiento de acuerdo con este invento, consiste en colorar todos los artículos a base de poliamidas, a una temperatura de 90°C como mínimo, en un baño de pH comprendido entre 3 y 5, en presencia, a la vez:

25. - De un agente igualador aniónico de fórmula general: $R(A)_nR'$, siendo R y R' núcleos bencénicos o naftalénicos sulfonados, idénticos o distintos; A representa uno de los radicales CH_2SO_2 ó NH ; siendo n un número entero comprendido entre 0 y 4 inclusive, y para este caso, dan resultados especiales



mente buenos el α, α' -dinaftil- β, β' -disulfonato de sodio, o el α, α' -dinaftelmitano- β, β' -disulfonato de sodio.

5. - De un componente catiónico débil, tal como la polivinilpirrolidona o un producto de condensación del óxido de etileno en una amina grasa de cadena larga o en una amina aromática.

10. - De tiourea o de uno de sus derivados N-alodilados tal como la N-monometiltiourea; en lo siguiente se tratará siempre de la tiourea sola, debiendo entenderse que puede tratarse de uno de sus derivados.

15. Este invento se refiere igualmente a título de producto industrial nuevo, a la composición constituida por la mezcla de los tres productos enumerados anteriormente, sola o con productos inertes sólidos o líquidos, en soluciones, dispersiones o emulsiones.

20. La Sociedad solicitante ha descubierto que la combinación de todas las condiciones de coloración enumeradas anteriormente, conducen a resultados hasta jamás obtenidos en ningún caso.

25. Este invento permite conseguir tonalidades mas vivas y mas resistentes al lavado, que cuando se tiñe de acuerdo con los procedimientos antes conocidos.

30. Además, este invento permite evitar las rayas, con mas facilidad que colorando por uno de los procedimientos conocidos hasta ahora, ya que la coloración en presencia de tiourea o de uno de

22 NOV



sus derivados, suprime a la vez toda oxidación de los polímeros a teñir, y por tanto toda degradación del material coloreado y toda desigualdad de coloración que dá por resultado la formación de -

5. rayas.

Esto es cierto tanto en el caso de los colorantes ácidos como en los colorantes ácidos metalíferos como en los colorantes reactivos de carácter ácido, lo cual es muy notable.

10. Por lo demás, los resultados obtenidos aplicando el procedimiento objeto de este invento se consiguen sin dificultad ya que la aplicación del procedimiento citado es sencilla y fácil.

15. La coloración con los colorantes ácidos sencillos o metalíferos, 1:1 ó 2:1, se realiza en una sola fase en medio ácido, sin pasar por una fase primera alcalina. Es necesario que los tres tipos de auxiliares enumerados anteriormente estén presentes en el medio de coloración. Se ha

20. trabajado en un baño bien entre 90°C y 100°C a presión atmosférica, o bien, bajo presión, entre 100°C y una temperatura inmediatamente inferior a la que corresponde al comienzo del deterioro bien de la materia a colorar o bien del colorante; esta temperatura puede llegar a 150°C o más;

25. en el caso de trabajarse bajo presión, se procede en autoclave, lo cual mejora entonces sensiblemente las resistencias y el "acuerdo". Esta operación ha de realizarse en medio ácido de un pH comprendido entre 3 y 5, lo cual se obtiene por adi-

30.



ción de un ácido mineral o de un ácido orgánico, por ejemplo el ácido acético y el ácido fórmico.

5. Por el contrario, el método general de aplicación de los distintos colorantes reactivos de tipo ácido, precisan un primer tratamiento alcalino, con preferencia a una temperatura relativamente baja. - En el caso de la tinción de artículos textiles, por ejemplo, esta primera fase se realiza a una temperatura comprendida entre la ambiente, 20°C por ejemplo
10. y 50°C, a un pH, ajustado entre 10 y 12. La segunda fase se lleva a cabo en el mismo baño, o en un segundo baño, en las condiciones indicadas en el párrafo anterior.

15. El empleo de un reductor que contenga azufre, en el tratamiento de los artículos textiles de poliamidas, es conocido, como antes se ha dicho, pero la Sociedad solicitante ha descubierto que en estado de trazas o vestigios en el medio de coloración, la tiourea utilizada con el agente aniónico y
20. el agente catiónico, se comporta como catalizador antioxidante. Esta misión de catalizador es lo que ha permitido obtener calidades de coloración que no habría sido posible prever teniendo en cuenta las
25. propiedades bien conocidas de ciertos agentes aniónicos y de ciertos agentes catiónicos.

- A este respecto conviene señalar que las cantidades de tiourea, del agente aniónico y del agente catiónico a utilizar en el medio de coloración, varían aproximadamente en función inversa de la cantidad de colorante. Por ejemplo, en el caso de un baño
- 30.



de tinción para artículos textiles, se emplearán las cantidades siguientes de tiourea expresadas en % de material tratado.

	Colorante	Tiourea
5.	> 2 %	0,02 %
	I á 2 %	0,03 %
	0,5 a I %	0,04 %
	< 0,5 %	0,05 %

Esta tabla pone de relieve el papel de catalizador de la tiourea, a causa, especialmente, de las pequeñas cantidades necesarias.

Además de las ventajas antes citadas debe señalarse que este procedimiento contrariamente a los procedimientos clásicos de mejora del "acuerdo" de los artículos a base de poliamidas, por tratamiento con colorantes ácidos o metalíferos no disminuye en modo alguno el rendimiento de los colorantes sobre el artículo, y en la mayor parte de los casos, el rendimiento llega a ser sensiblemente mejor, lo cual permite reducir las duraciones corrientes de coloración.

Finalmente, la presencia de tiourea no implica el viraje de las tonalidades como ocurre con otros antioxidantes o reductores activos.

El procedimiento de acuerdo con este invento, lleva consigo un efecto protector real con respecto a los artículos a base de poliamidas, evitándose toda degradación por oxidación; en efecto, en baño acuoso, a temperatura elevada, bastan cantidades

22 NOV 1941



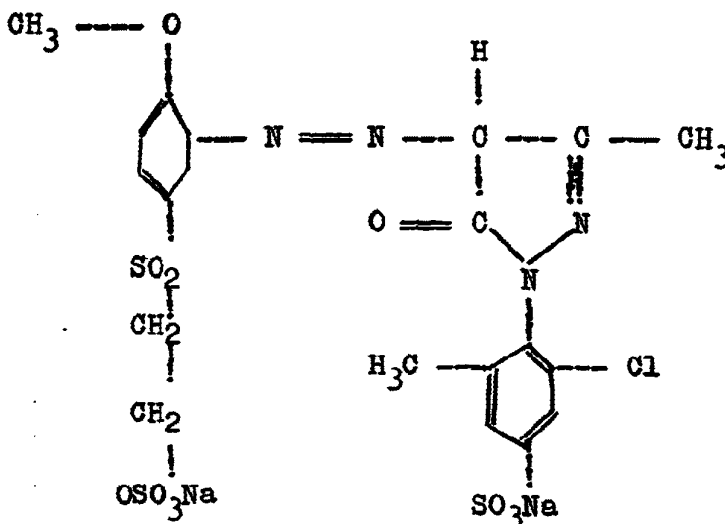
- 7 -

282697

muy débiles de oxígeno para provocar una alteración importante de estos artículos. Ahora bien, en la práctica, es muy difícil eliminar totalmente el aire de la materia a colorar y de los medios de coloración, especialmente cuando se trata de artículos textiles, y hasta ahora se daba a menudo el caso de que, por ejemplo, el teñido de hilos preparados, las burbujas de aire o fluidas daba lugar a roturas al devanar, a puntos débiles, en las confecciones, y provocaban, además diferencias de tonalidades en los kilos. Estos accidentes se suprimen aprovechando el procedimiento que constituye el objeto de este invento.

Para la mejor comprensión de las características técnicas y las ventajas de este invento, se describen a continuación ejemplos de aplicación debiendo entenderse desde luego que no tienen carácter limitativo en cuanto a sus métodos de aplicación y a los usos a que pueden someterse.

20. EJEMPLO 1 - Se preparan en un recipiente de tinción de 1.500 litros de baño que contengan 750 g de fosfato trisódico y 500 g de colorante de fórmula



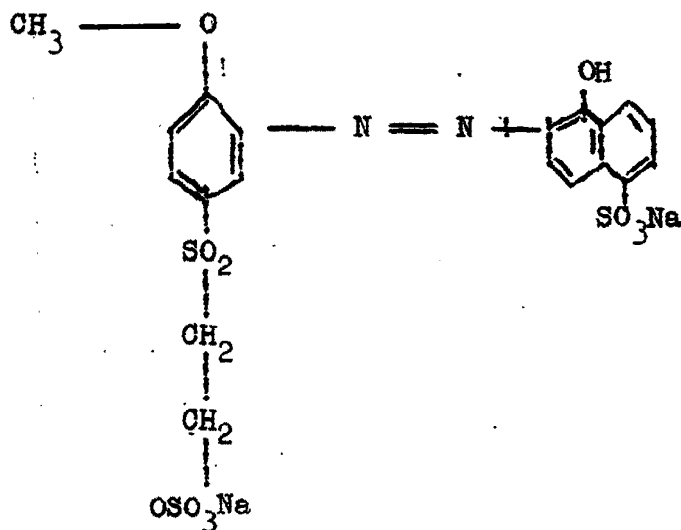
2826972



- 8 -

- Se tratan en este baño 100 kg de tejido de hilo continuo de 4,4 tex., 13 cabos 200 Z a base de poliamida 66, durante 10 minutos a 40°C. Se añade - 0,75 litros de ácido acético glacial, 400 g de ácido fórmico a 80 % en peso, 2,5 kg de paramino fenol oxietilado, 2,5 kg de α, α' -dinaftilmetano- β, β' -di-sulfonato de sodio y 50 g de tiourea. Se tiñe durante una hora a 100°C, luego se aclara en un baño de 1.000 litros que contenga 500 g del producto de condensación de un alcohol graso y de óxido de etileno conocido comercialmente con el nombre de Sunaptol O. Después del lavado y el secado, el tejido tiene una bella coloración amarillo clara, resistente al lavado; es perfectamente unido o uniforme y no ha experimentado degradación alguna.

EJEMPLO 2 - Se procede como en el ejemplo 1 con un colorante de fórmula





y utilizando las cantidades siguientes:

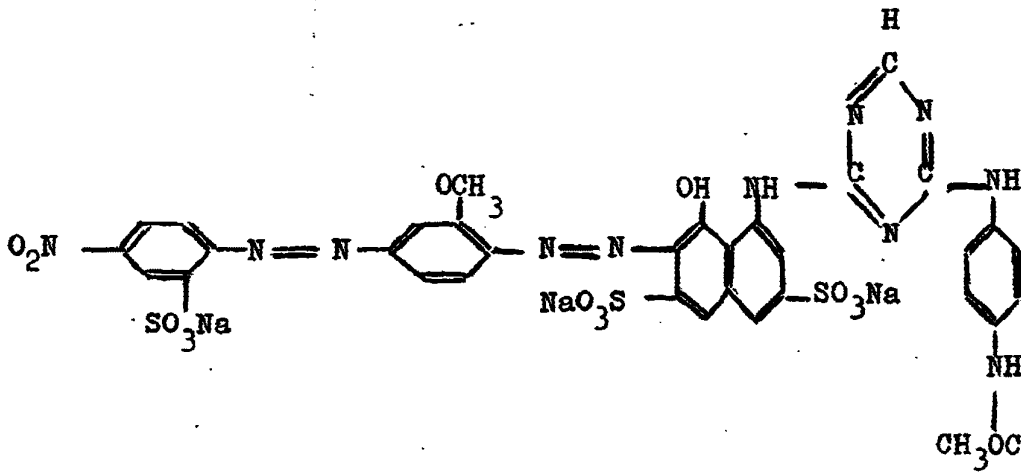
- | | | | |
|----|--|--------------|---------|
| | Baño | 1.500 litros | |
| | Colorante | | 3 kg. |
| | Fosfato trisódico | | 0,75 kg |
| 5. | Tiourea | | 30 g |
| | α, α' -dinaftilmetano- β, β' -disulfonato de sodio | | 1,5 kg |
| | Paraminofenil oxietilado | | 1,5 kg |
| | Tejido | | 100 kg |

10. En la segunda fase de la tinción, se neutraliza el baño con 750 g de ácido acético glacial y se acidifica con 400 g de ácido fórmico al 80 %.

El tejido teñido presenta una coloración roja muy sólida y de excelente uniformidad, y aquél -

15. conserva sus propiedades mecánicas iniciales.

EJEMPLO 3 - Se procede como en el ejemplo - 2 pero utilizando el colorante de fórmula

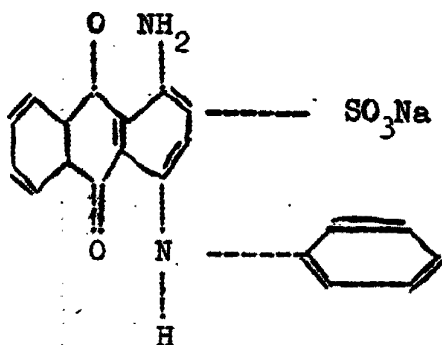


Se obtiene una coloración azul de notable solidez; el tejido no presenta rayas ni bandas.

22 NOV



EJEMPLO 4 - Se tiñen 100 kg de un tejido de hilos continuos de 7,7 tex, 23 cabos 200 Z de poliamida 6 en 1.000 litros de agua que contengan además de 1 kg de colorante de fórmula.

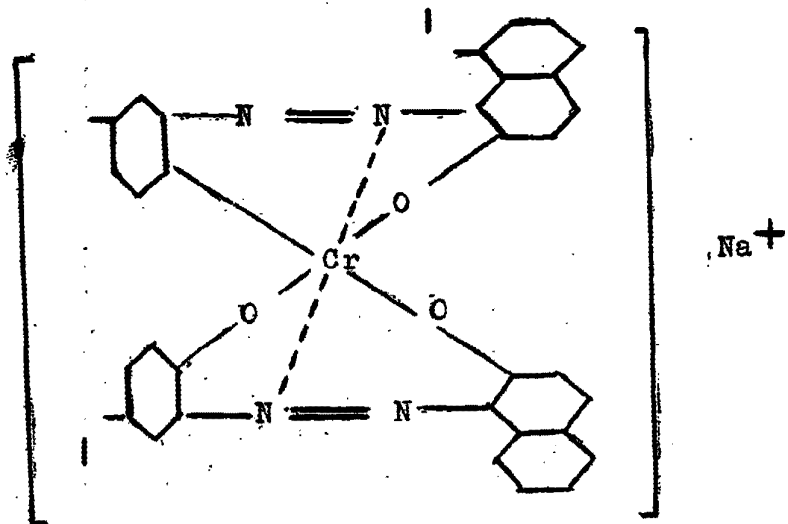


- 5. 2 kg de α,α' -dinaftilmetano- β,β' -disulfonato de sodio.
2 kg de producto conocido en el comercio con la marca Neovadine AN
40 g de tiourea
El pH del baño se regula por medio del ácido acético.
- 10. Se tiñe durante una hora a 120°, se aclara y se seca.
El tejido tiene un tinte azul muy vivo, de excelente solidez para la luz y para el lavado, incluso elevado, y es perfectamente uniforme; el tejido ha conservado toda sus buenas cualidades mecánicas.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 5 - Se tiñe una pieza de hilos de fibras 77 tex/3 x 270 Z/160 S de poliamida 11 en las mismas condiciones del ejemplo 4, pero sustitua-



yendo el colorante en el empleado, por el colorante de fórmula



La pieza presenta solídeces tan buenas como en el ejemplo 4.

5. Se tiñe en un negro bello y sólido, muy vivo y sin bandas.

Si se tiñen los artículos textiles de poliamidas con los mismos colorantes de los ejemplos, pero sin respetar las condiciones descritas en esta solicitud, se obtienen coloraciones de tonalidades mucho menos vivas y de una uniformidad muy inferior.

10.

EJEMPLO 6 - Se introducen 100 g de tejido de hilo continuo de poliamida 66 en un baño que contenga 1.0000 lts. de agua, al que se añaden 2 kg de "Acid Red" 211 (Colour Index según edición, 1956, 1ª parte, vol. 1, pag. 1.180), y 2,5 lts. de una solución acuosa que contenga:

15.



392 g/litro del producto de condensación de la laurilamina, con el óxido de etileno.

392 g/litro dinaftil metano disulfonato de sodio.

5. 16 g/litro de tiourea.

El pH del baño se ajusta a 3,5 por medio de ácido acético glacial.

Se tiñe durante una hora a 130°C, se aclara y se seca.

10. Se obtiene un tejido teñido en rojo de tonalidad perfectamente unida. El tejido ha conservado sus cualidades mecánicas iniciales.

N O T A

15. 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 se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia, con fecha 22 de noviembre de 1961, bajo el nº PV.879.739, acogándose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y

20. siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España "Perfeccionamientos de coloración de artículos a base de poliemi-

25. das"; caracterizándose por lo siguiente:



- 1 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" caracterizándose por el hecho de que la coloración se realiza a una temperatura de 90°C como mínimo en un baño de pH comprendido entre 3 y 5, en presencia, a la vez, de un agente igualador aniónico, de un agente auxiliar catiónico débil y de tiourea o de uno de sus derivados N alcohilados.
- 5.
10. 2 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" según reivindicación 1 caracterizado por el hecho de utilizarse, como mínimo, un colorante de tipo ácido.
15. 3 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" según reivindicación 2 caracterizado por el hecho de utilizarse por lo menos un colorante reactivo de naturaleza ácida, después de realizarse un tratamiento previo alcalino a un pH comprendido entre 10 y 12, y a una temperatura no superior a 50°C.
- 20.
25. 4 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" según reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizado por que el agente igualador aniónico tiene la fórmula general $R(A)_nR'$ en la que los radicales R y R', idénticos o distintos, representan núcleos bencénicos o naftalénicos sulfonados, A- representa uno de los grupos CH_2 , SO_2 ó NH con -
- 30.



n entero comprendido entre 0 y 4 inclusive.

5. 5 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el agente catiónico débil es un producto de condensación del óxido de etileno - en una amina grasa de cadena larga, o en una amina aromática eventualmente sustituida.

10. 6 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el agente catiónico débil es la polivinilpirrolidona.

15. 7 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el derivado de la tiourea es la N-monometiltiourea.

20. 8 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" según una de las reivindicaciones anteriores caracterizado por utilizarse como mínimo un colorante de la clase de los colorantes ácidos para la lana, tales como colorantes ácidos sencillos, colorantes al cromo, colorantes metalíferos 1:1 y 2:1.

25. 9 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" caracterizado por utilizarse una composición que permite la tinción uniforme de los artículos a base de poliamida y comprende a la vez por -



lo menos un agente igualador aniónico; un agente de adición catiónico débil; un producto elegido en el grupo que comprende la tiourea y los derivados N alcoholados de la tiourea.

5. 10 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" caracterizado por utilizarse una composición que contiene un agente aniónico igualado de fórmula general $R(A)_n R'$ en la que R y R' idénticos o distintos, representan un núcleo aromático sulfonado elegido del grupo de los núcleos - bencénicos y naftalénicos, A es un radical divalente, elegido en el grupo que comprende $-CH_2-$, $-SO_2-$ y $-NH-$, y n es un número entero comprendido entre 0 y 4 inclusive; un agente de adición catiónico débil elegido en el grupo que comprende la polivinilpirrolidona, los productos de condensación del óxido de etileno con aminas grasas de cadena larga, y los productos de condensación del óxido de etileno con las aminas aromáticas; un producto elegido en el grupo que comprende la tiourea y los derivados N-alcoholados de la tiourea.

25. 11 - "Perfeccionamientos en los procedimientos de coloración de artículos a base de poliamidas" tal y como queda substancialmente descrita en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de quince hojas es -
critas a máquina por una sola cara.

Madrid,

SOCIETE RHODIACETA

J. GÓMEZ ACEBO Y MODER

22 NOV. 1952