



283909

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

por "PROCEDIMIENTO PARA TERNIR FIBRAS DE POLIESTER", a favor de la firma suiza CIBA, SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es corriente en la práctica teñir el material de fibra de poliéster en aparatos de circulación cerrada, en cuyo caso se ponen, por ejemplo, filamentos en forma de bobinas cruzadas y tejidos (lo que se llama "cuerpos devanados") en el aparato para teñir, de modo que el líquido tintóreo pueda circular por el material fibroso. Este tipo de tintura plantea grandes exigencias en cuanto a la estabilidad de las dispersiones de colorante que se han de emplear. Si la estabilidad de la dispersión es insuficiente, se producen los llamados "efectos de filtración", es decir, una

5.

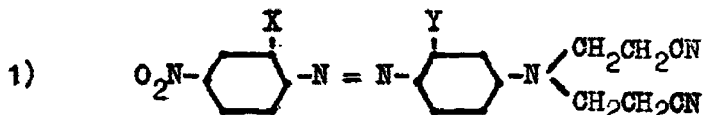
10.

283909



parte del colorante es retenida y precipitada en la superficie del material fibroso, lo que conduce a tinturas desiguales y que no resisten al frote. Ciertamente que estas dificultades pueden superarse mediante ciertas medidas, como precipitación del colorante en ácido sulfúrico o tratamiento consecutivo del tejido teñido; pero esto ocasiona un encarecimiento del material teñido que pesa mucho en las consideraciones. Las insuficiencias mencionadas se manifiestan en particular con los colorantes azoicos de la fórmula

10.



15.

en la que

X significa un átomo de H, cloro o bromo o un grupo ciano e

Y significa un átomo de H, o de cloro o un grupo metilo.

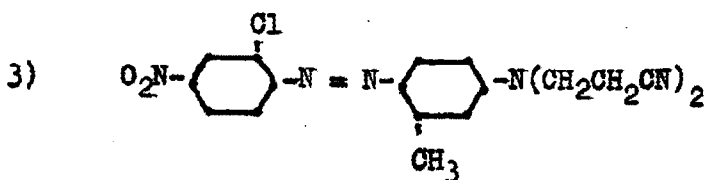
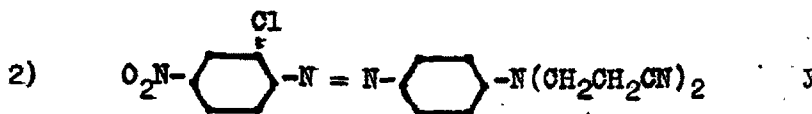
20.

Ahora se ha descubierto que dichas insuficiencias pueden obviarse sencillamente si para teñir las fibras de poliéster se emplean mezclas de colorantes de la fórmula 1) que se distinguen por lo menos en uno de los sustituyentes X e Y.

25.

Particular interés tienen las mezclas de los colorantes de las fórmulas

283909

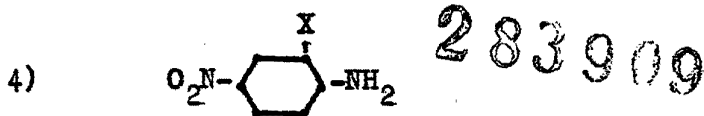


5. La proporción de la mezcla puede variar dentro de amplios límites. De todos modos, es conveniente elegir la proporción de modo que la porción de cada colorante individual constituya por lo menos el 5%, y de preferencia el 10%, por lo menos. Sumamente aptas resultan ser las mezclas constituidas por 65 a 75% del colorante de la fórmula 2) y por alrededor del 25 al 35% del colorante de la fórmula 3).

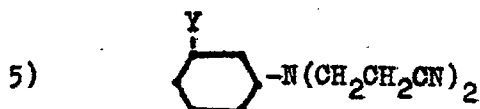
10. Las mezclas de esta clase pueden obtenerse mixturando íntimamente los colorantes individuales, mediante molidura por ejemplo, de conveniencia en presencia de un dispersante como la lejía residual sulfúrica o la sal sódica del ácido 1,1'-dinaftil-metan-2,2'-disulfónico. Así se logra al mismo tiempo la distribución fina de la mezcla

15. colorante que hace falta para teñir. En lugar de mezclar los colorantes individuales ya acabados, se puede efectuar también una síntesis mixta, es decir, copular el compuesto diazoico de una amina homogénea de la fórmula

4 ENE



con una mezcla de aminas de la fórmula



o bien los compuestos diazoicos de una mezcla de amina de la fórmula 4) con una amina homogénea de la fórmula 5), en cuyo caso X e Y tienen en estas fórmulas el significado ya expuesto.

5. Para teñir, las mezclas de colorantes mencionadas se emplean convenientemente en forma de distribución fina y se tinte con adición de dispersantes, como la lejía residual sulfítica de celulosa o detergentes sintéticos, o una combinación de diversos humectantes y dispersantes. Por lo general es conveniente transformar los colorantes que se van a emplear, antes del tinte, en un preparado tintóreo que contenga un dispersante y un colorante finamente dividido, de tal forma que al diluir con agua el preparado tintóreo se origine una dispersión fina. Tales preparados pueden obtenerse de manera conocida, por ejemplo reprecipitando el colorante en ácido sulfúrico y moliendo la suspensión así obtenida con lejía residual sulfítica, eventualmente también moliendo el colorante en dispositivos molidores de gran eficacia, en forma seca o húmeda y con adición o

10.

15.

20.

283909⁴ EN



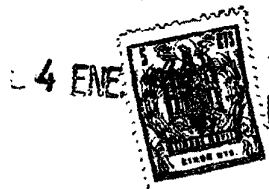
sin ella de dispersantes durante la operación de molienda.

- Para conseguir tinturas más intensas sobre las fibras de tereftalato de polietileno resulta conveniente añadir al baño tintóreo un imbibidor o, en particular, realizar la operación tintórea bajo presión y a temperaturas superiores a 100°, por ejemplo de 120°. Como imbibidores son aptos los ácidos de carboxílicos aromáticos, por ejemplo el ácido benzoico o el ácido salicílico, los fenoles, como por ejemplo el orto- o el para-oxidifenilo, los compuestos halogenados aromáticos, como por ejemplo el clorobenceno, el o-diclorobenceno o el triclorobenceno, el fenilmetilcarbinol o el difenilo. En las tinturas bajo presión resulta ventajoso dar al baño tintóreo ligera acidez, mediante la adición por ejemplo de un ácido débil, tal como el ácido acético.
- 5.
- 10.
- 15.

- Los colorantes utilizables según este invento se prestan igualmente para teñir por el procedimiento llamado "de la termofijación", según el cual el género que se ha de teñir se impregna, de preferencia a temperaturas de 60° a lo sumo, con una dispersión acuosa del colorante que contiene, de conveniencia, 1 a 50% de urea y un espesante, y se exprime como de ordinario. Conviene exprimir de modo que el género impregnado retenga del 50 al 100% de su peso inicial en líquido tintóreo.
- 20.

- Para la fijación del colorante, el género así impregnado, para mayor conveniencia después de secado previo, por ejemplo en una corriente de aire caliente, se calienta a temperaturas superiores a los 100°, por ejemplo de 180 a 220°:
- 25.

- Gracias a su buena reserva en la lana, los colo-
- 30.



283909

rantes utilizables según el procedimiento aquí expuesto se prestan también para teñir tejidos mixtos de fibras de poliéster con lana.

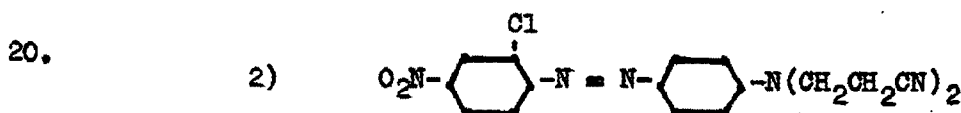
5. Por el procedimiento aquí expuesto se obtienen tinturas y estampados plenos e intensos, de excelentes propiedades de solidez a la mojadura y, en particular, de extraordinaria solidez a la luz y a la sublimación.

10. Otra ventaja de las mezclas que se utilizan según este procedimiento consiste en su estructuración notablemente mejor respecto a los colorantes individuales.

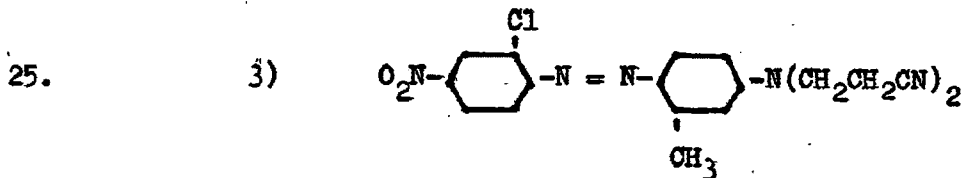
En los Ejemplos que siguen, las partes significativas, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso. Las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

15. EJEMPLO 1.

Se muele una pasta acuosa, que contiene 70 partes del colorante de la fórmula



y 30 partes del colorante de la fórmula



283909



con la misma cantidad en peso de lejía residual sulfútica, seca, hasta formar una papilla fina con un contenido de colorante del 10% aproximadamente.

5. En un baño que contiene, por 1000 partes de agua, 1 a 2 partes de la sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico y 1 parte de solución acuosa de amoníaco concentrada, se depuran previamente, durante media hora, 100 partes de material fibroso de tereftalato de polietileno. A continuación se pasa el material a un
10. baño tintórico de 3000 partes de agua, en el que se han dispersado 10 partes de la papilla colorante obtenida según el párrafo primero, con adición de 4 partes de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazol-disulfónico. El conjunto se calienta a 120° en un recipiente de presión
15. y se mantiene a esta temperatura durante 1/2 hora aproximadamente. Seguidamente se enjuaga bien y, si es preciso, se lava durante media hora a temperatura de 60 a 80° con una solución que contiene, por 1000 partes de agua, 1 parte
20. de la sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazol-disulfónico. Se obtiene una tintura de color rojo anaranjado intenso, de excelente solidez a la sublimación y a la luz.

La mezcla colorante se obtuvo de la manera siguiente:

25. Se suspendieron en 20 partes de agua 17,2 partes de 2-cloro-4-nitrenilina, se añadieron 7,0 partes de nitrito sódico disueltas en 25 partes de agua y se agregaron 150 partes de hielo. A continuación se mezcló todo ello, agitando, con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado. La solución diazoica originada se virtió, después de 10 minutos
30. de agitación, en una solución de 14 partes de bis-(cianoetil)-



283909

4 ENE

5. anilina y 6,4 partes de bis-(cianoetil)-m-toluidina en 60 partes de ácido clorhídrico concentrado y 40 partes de agua. Se dejó en agitación durante 1/2 hora a 0-5° y se mezcló con 300 partes de solución 4-n de acetato sódico. El colorante obtenido, de color pardorrojizo, se aisló por succión.

10. La mezcla de bis-cianoetilanilina y bis-cianoetil-m-toluidina empleada en el párrafo anterior puede a su vez obtenerse por reacción de una mezcla de anilina y de m-toluidina en la proporción de 7:3 con acrilonitrilo, según procedimiento conocido.

Si en el párrafo primero se emplea una mezcla obtenida por mixturación de los colorantes individuales ya acabados en la proporción expresada, se llega al mismo resultado.

15. EJEMPLO 2.

20. En un baño que por 1000 partes de agua contiene 1 a 2 partes de la sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazol-disulfónico y 1 parte de solución acuosa concentrada de amoníaco, se depuran previamente durante 1/2 hora 100 partes de material fibroso de tereftalato de polietileno. A continuación se imbebe previamente el material, a 80° y durante media hora, en un baño tintóreo que en 300 partes de agua contiene 15 partes de una mezcla, en partes aproximadamente iguales, de orto-oxidifenilo, aceite de pino y aceite de rojo turco y 15 partes de ácido acético.

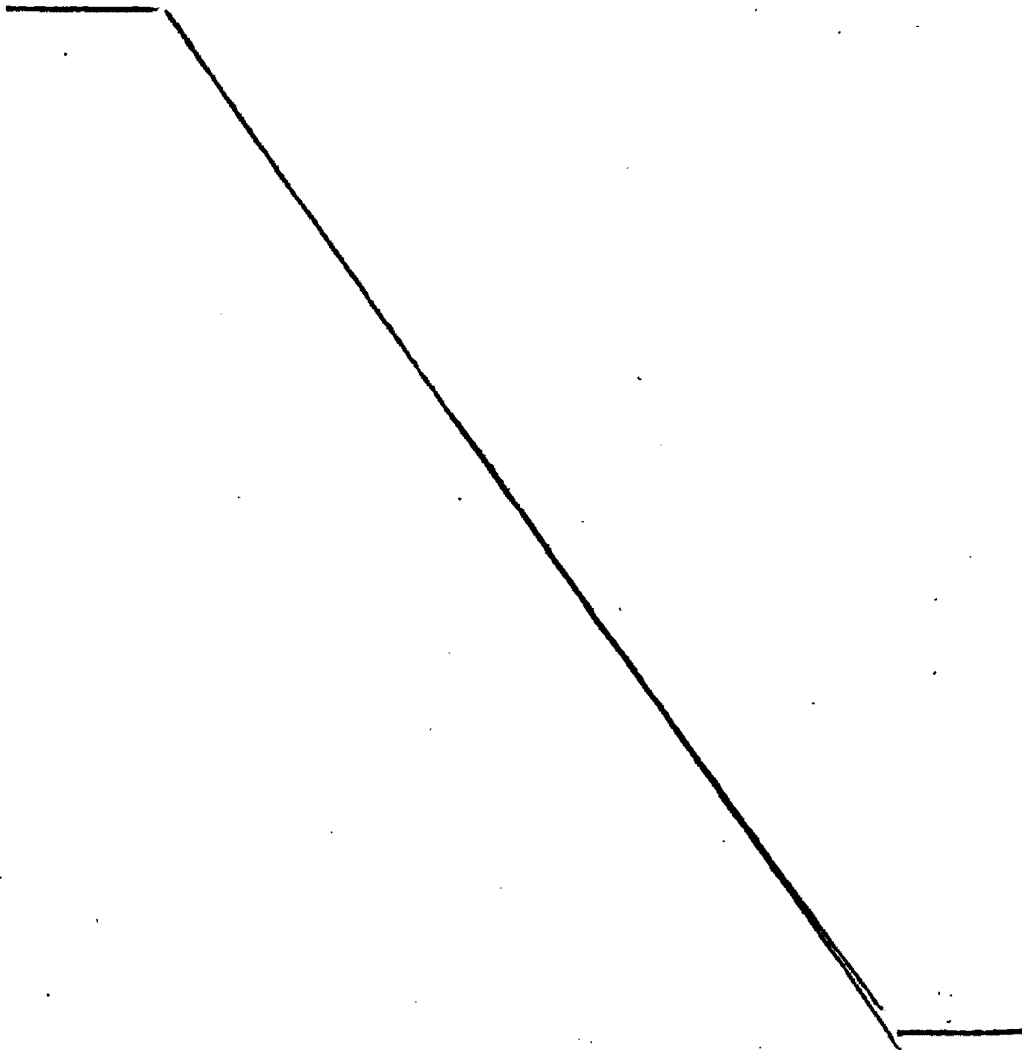
25. Después se deja enfriar el baño hasta 50° y se agregan 10 partes de la papilla colorante obtenida según el Ejemplo 1, párrafo 1°. Se lleva el baño a ebullición en el curso de 1/2 hora a 3/4 de hora y se tinte durante 1 hora a 1 1/2 horas

30. a temperatura lo más cercana posible a la de ebullición. Se



283909

- guidamente se enjuaga bien y, si es preciso, se lava durante 1/2 hora, a temperatura de 60 a 80°, con una solución que en 1000 partes de agua contiene 1 parte de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico. Se obtiene
5. una tintura rojoanaranjada intensa, de excelente solidez a la sublimación y a la luz.



4 ENE



283909

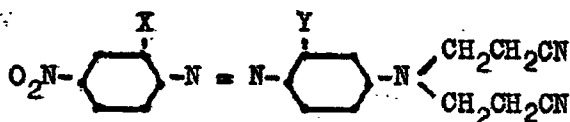
NOTA

Hecha la descripción del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de patente suiza núm. 121/62, depositada el 5 de Enero de 1.962:

5.

1. Procedimiento para teñir fibras de poliéster, según el procedimiento tintóreo corriente de la dispersión, con colorantes de la fórmula

10.



en la que

X significa un átomo de H, de cloro o de bromo o un grupo ciano e

15.

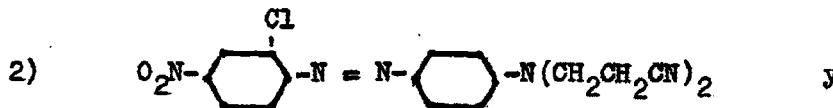
Y significa un átomo de H o de cloro o un grupo metilo,

caracterizado por el hecho de que se emplean mezclas de colorantes de la fórmula expresada que se diferencian entre sí por uno de los substituyentes X e Y, a lo menos.

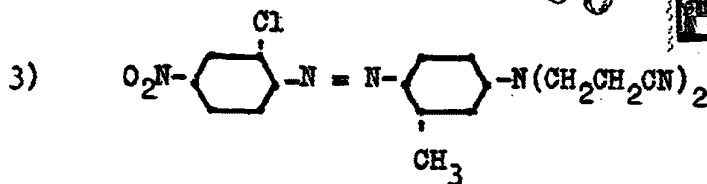
20.

2. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se emplean mezclas de colorantes de las fórmulas

25.



283909

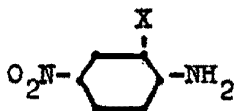


5. 3. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que se emplean mezclas en las que la porción de cada colorante individual constituye por lo menos el 5%, y de preferencia el 10% por lo menos.

10. 4. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 2 y 3, caracterizado por el hecho de que se emplean mezclas que contienen 65 a 75% del colorante de la fórmula 2) y 35 a 25% del colorante de la fórmula 3).

15. 5. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, en el que el preparado colorante contiene los colorantes en forma finamente dividida y un dispersante.

20. 6. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que en la preparación del colorante se copula el compuesto diazoico de una amina homogénea de la fórmula



con una mezcla de aminas de la fórmula



en cuyas fórmulas tienen X e Y el significado ya expuesto.



283909

4 ENE

7. Procedimiento para teñir fibras de poliéster.
Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de doce hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

5.

Madrid, a 4, de Enero de 1.963

CIBA SOCIETE ANONYME

p. a.

JANDE ISEPN BERALLES

C. P.

tr: sb
mp.