



Case 1655⁺

285359

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

por "PROCEDIMIENTO PARA TERNIR FIBRAS DE POLIAMIDA", a favor
de la firma suiza J.R. GEIGY A.G., residente en BASILEA
(Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para
teñir fibras de poliamida, así como a los baños tintóreos
apropiados para este procedimiento.

- Es sabido que el material fibroso de poliamida pue-
de teñirse de manera continua. Un procedimiento conocido, por
5. ejemplo, consiste en impregnar lana con una solución acuosa,
si se quiere espesada, de colorantes ácidos para lana, a tem-
peraturas situadas por debajo de la temperatura de fijación
de estos colorantes, iniciar luego el secado del género im-
10. pregnado, introducirlo, para la fijación del colorante, en un



285359

baño caliente de ácido ("procedimiento del choque con ácido") y enjuagar el género así tratado. Como este procedimiento presenta desventajas, por ejemplo de tinturas desiguales, no ha adquirido importancia práctica.

5. Como ulterior desarrollo de este procedimiento se ha propuesto ya la adición de agentes transmisores de color a los baños de impregnación. Como agentes de esta índole, los productos de condensación solubles en agua de ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, o de mezclas de estos ácidos, con 2 equivalentes de dialcanolamina han dado los mejores resultados. Estos productos de condensación se conocen con el nombre de bases Kritchevsky y están descritos en la patente norteamericana 2 089 212.

10. Sin embargo, también el empleo de estos baños de impregnación se acompaña todavía de una serie de desventajas. En primer término, estos baños de impregnación no son estables, pues con frecuencia se disocian irreversiblemente al cabo de algunas horas, sin influencias externas visibles, separándose en una fase pobre en materia auxiliar y una fase rica en materia auxiliar que contiene la mayor parte del colorante. Esta formación de fases en el baño de impregnación dificulta el tinte uniforme, sobre todo en grandes metrajes.

15. Se ha considerado la tendencia a la formación de fases como la propiedad decisiva de los baños de impregnación utilizables. No obstante, la práctica ha enseñado que los baños de impregnación del procedimiento conocido en cuestión sólo dan tinturas utilizables cuando presentan cuidadosamente ajustado entre sí el contenido de colorante, electrolitos y materias auxiliares. La formación de fases depende muy intensamente del contenido de sales del baño de impregnación. Sin embargo,
- 20.
- 25.
- 30.

285359



el arrastre de electrolitos al baño es inevitable cuando en el procedimiento efectuado de manera continua se emplea, por ejemplo, lana carbonizada y neutralizada que no se ha lavado con suficiente cuidado. Estas influencias afectan a la uniformidad de las tinturas del procedimiento conocido. Por otra parte, resulta necesario (siempre que la fijación del colorante se efectúe por introducción en un baño caliente de ácido) un secado previo del género empapado con el baño de impregnación, a fin de evitar el desteñimiento en el baño de ácido.

5.

10.

Ahora se ha descubierto que, contra la opinión dominante, se obtienen sorprendentemente baños de impregnación sumamente apropiados para el tinte continuo de las fibras de poliamida natural y sintética si se mezclan a las soluciones acuosas de colorante, como transmisores de color, agentes auxiliares que no confieren a estos baños, tanto si se produce un reposo prolongado como si se altera el contenido electrolítico, la propiedad de formar fases, dentro de los límites técnicos usuales.

15.

20.

Según el invento, se emplean soluciones acuosas, si conviene espesadas, de colorantes ácidos para lana que contienen como transmisor de color fundamental una cantidad activa de sales solubles de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14 átomos de carbono y, si se desea, otros agentes auxiliares; con estas soluciones se impregnan, a temperaturas inferiores a la de fijación de estos colorantes, fibras de poliamida natural o sintética y se acaba en caliente el género tratado, eventualmente por acción de ácidos con lavado consecutivo.

25.

30.

Mientras que cuando se emplean bases Kritchevsky se necesitan, para mantener la monofasicidad del baño tin-

285359



tóreo, adiciones de dispersantes anionactivos no espumantes, de la clase de los ácidos sulfónicos aromáticos o de sus sales acuosolubles, en particular el ácido beta-tetrahidronaftalinsulfónico o una mezcla de ácido alfa- y ácido beta-tetrahidronaftalinsulfónico, o respectivamente de sus sales solubles en agua, el procedimiento aquí expuesto permite sorprendentemente pasarse de tales adiciones, lo cual lo hace notablemente más sencillo y barato.

5.

10.

Con el procedimiento de este invento se obtienen tinturas uniformes aun con grandes metrajes. Además, puede emplearse un baño caliente de ácido sin secado intermedio, a pesar de lo cual no se produce desteñimiento importante. La temperatura de fijación de los colorantes empleados, o sea la temperatura a la que el colorante se prende a las fibras en un minuto aproximadamente, es casi siempre de 70°C o superior. En el procedimiento de este invento la impregnación debe efectuarse por debajo de esta temperatura de fijación.

15.

20.

El procedimiento de este invento sirve admirablemente para el tinte continuo de poliamidas, en particular de la lana.

25.

Como sales de ácidos carboxílicos alifáticos saturados convenientes se emplean, por ejemplo, las sales alcalinas, como las líticas, sódicas o potásicas, las sales amónicas o bien las sales amónicas N-alquil- o -hidroxialquil- e alcoxi-alquil substituidas de los ácidos caprílico, pelargónico, capríco, láurico o mirístico o de las mezclas de ácidos compendadas con la designación colectiva de ácidos grasos de aceite de coco, del ácido deciloxiacético, del ácido lauriloxiacético, del ácido deciltioacético o del ácido lauriltioacético. Los

30.

ejemplos de sales amónicas N-substituidas de los ácidos men-



285359

5. cionados se derivan de aminas primarias, secundarias o terciarias, verbigracia de monoalquilaminas, como la metilamina, la etilamina, la propilamina o la isopropilamina; de hidroxialquilaminas, como la beta-hidroxi-etilamina o la beta- o la gamma-hidroxi-propilamina; de dialquilaminas, como la dietilamina; y en particular de bis-(hidroxialquil)-aminas, como la bis-(beta-hidroxi-etil)-amina o la bis-(gamma-hidroxi-propil)-amina; o de la bis-(beta,gamma-dihidroxi-propil)-amina, de las N-alquil-N-(hidroxialquil)-aminas, como la N-metil- o la N-etil-N-(beta-hidroxi-etil)- o la (gamma-hidroxi-propil)-amina;
10. así como de bases fuertes de nitrógeno cíclico, como por ejemplo de la morfolina, de trialquilaminas, en particular de las tri-(hidroxialquil)-aminas, verbigracia de la tri-(beta-hidroxi-etil)-amina; de N-alquil-bis-N-(hidroxialquil)-aminas, como la metil- o etil-bis-(beta-hidroxi-etil)- o -bis-(beta- o gamma-hidroxi-propil)-amina o la etil-bis-(beta,gamma-dihidroxi-propil)-amina; o de diaminas, especialmente de diaminas hidroxialquiladas, como por ejemplo la tetrahidroxi-etil-etilendi-amina. Muy buenos resultados han dado las sales alcalinas, alquilamónicas o hidroxialquilamónicas, sobre todo las sales (beta-hidroxi-etil)-amónicas, bis-(beta-hidroxi-etil)-amónicas, bis-(gamma-hidroxi-propil)-amónicas, metil-(beta-hidroxi-etil)-amónicas, metil-bis-(beta-hidroxi-etil)-amónicas o metil-(beta,gamma-dihidroxi-propil)-amónicas de los ácidos grasos de aceite de coco.
15. Como otros agentes auxiliares eventualmente presentes en el baño de impregnación, cabe mencionar a título de ejemplo: las sales inorgánicas, como el cloruro sódico o el sulfato sódico, en particular también las sales de ácido crómico, cuando se emplean colorantes metalizables; asimismo ácidos como el ácido acético, pero sobre todo las amidas de
- 20.
- 25.
- 30.



285359

ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14

átomos de carbono que se derivan de aminas primarias y secundarias que presentan por lo menos un grupo hidroxialquilo inferior. Cuando están presentes tales amidas en el baño, la proporción ponderal de las amidas respecto a las sales solubles debe ser aproximadamente de 2:1 a 1:2. Las amidas apropiadas se derivan por ejemplo de los ácidos grasos superiores que antes se han citado y de monohidroxialquilaminas, como la beta-hidroxietilamina, la gamma-hidroxi-propilamina o la beta,gamma-dihidroxi-propilamina; bis-(hidroxialquil)-aminas, como la bis-(beta-hidroxietil)-amina o -(gamma-hidroxi-propil)-amina o la bis-(alfa-metil-beta-hidroxietil)-amina; N-alquil-N-(hidroxialquil)-aminas, como la N-metil- o N-etil-N-(beta-hidroxietil)-amina o la N-metil- o N-etil-N-(gamma-hidroxi-propil)-amina; así como éteres alquílicos de peso molecular bajo, en particular los éteres metílicos o etílicos de las hidroxialquilaminas mencionadas, como la beta-metoxi- o beta-etoxi-etilamina o la gamma-metoxi- o gamma-etoxi-propilamina.

- 5.
- 10.
- 15.

Se prefieren las bis-(hidroxialquil)-amidas, sobre todo aquellas cuyos radicales hidroxialquílicos contienen dos o tres átomos de carbono, como las bis-(beta-hidroxietil)-amidas o las bis-(gamma-hidroxi-propil)-amidas de los ácidos grasos que se han descrito antes.

- 20.
- 25.

Estas amidas se obtienen por reacción de los ésteres de ácidos grasos apropiados con alcoholes inferiores, por ejemplo del éster metílico o etílico de ácido graso con la amina deseada, en presencia de alcoholato sódico o potásico, según procedimiento conocido.

- 30.

Los colorantes ácidos para lana utilizables según

285359



este invento, es decir, aquellos cuyo componente cromático es un anión y con los que se tiñe en baño neutro hasta débilmente ácido, pueden pertenecer a cualquier clase de colorantes. Pueden ser, por ejemplo, colorantes monoazoicos o poliazoicos no metálicos, de metal pesado o metalizables, colorantes antraquinónicos, ftalocianínicos o nitrosos. El procedimiento de este invento es apto en particular para teñir con colorantes azoicos metálicos, de preferencia con colorantes monoazoicos que contienen 2 moléculas de colorante azoico ligadas a 1 átomo de metal pesado, como cromo o cobalto.

Como espesantes se emplean los productos conocidos en la estampación textil, en particular las sales solubles en agua de los ácidos alginicos. Pero también pueden utilizarse derivados de celulosa, como la metilcelulosa o las sales solubles de la carboximetilcelulosa.

Según este invento pueden teñirse tanto las fibras de poliamida natural como las de poliamida artificial. Ejemplos de poliamidas naturales son la lana y la seda; y de poliamidas artificiales el nilón, el perlón (Unión de la marca Perlón, sociedad registrada, Frankfurt a.M., Alemania), rilsán (Société Organico, Paris, Francia) o grilón (F. Emser Werke, Ems, Suiza); para estas poliamidas artificiales es ventajoso eventualmente, después de la impregnación, un secado en condiciones de termofijación, o sea por ejemplo a temperaturas de 150-250°C. Para el procedimiento tintóreo de este invento entra en consideración en primer término la lana.

El material poliamídico puede teñirse según este invento en cualquier forma, por ejemplo en forma de mechones, de peinado, de hilo o de tejidos. También puede teñirse en forma de fibras mixtas, como las fibras de celulosa mezcladas o

285359



incrustadas con poliamida, en particular también en forma de tejidos mixtos, sobre todo en forma de tejidos mixtos de lana y fibras de poliéster, como las fibras de acetato de celulosa, de triacetato de celulosa y en especial de éster diólico de ácido politereftálico. Para ello se puede teñir solamente la porción poliamídica (lana), o también simultáneamente la porción poliamídica, según el invento y la porción de poliéster con colorantes de dispersión.

5.

10.

La impregnación del material de fibras se efectúa por ejemplo mediante estampación, extensión o rociado, pero de preferencia por fulardeo. Las soluciones de impregnación según este invento se preparan ventajosamente mezclando soluciones de colorante en agua caliente de concentración apropiada, que eventualmente contienen espesantes, con la cantidad deseada de sales de ácido graso conformes a lo que se ha definido, así como eventualmente con otras materias auxiliares. El baño de impregnación debe contener de preferencia unos 10 a 60 g por litro de una sal soluble de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14 átomos de carbono, y eventualmente

15.

5 a 30 g por litro de una materia auxiliar, sobre todo de una amida de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14 átomos de carbono.

20.

El material de fibras de poliamidas se impregna con ventaja a temperatura de 40 a 70°C y luego se exprime hasta el contenido deseado de baño de impregnación, que es aproximadamente del 40 al 110% del peso de la fibra.

25.

Si se ha embebido el material de fibra de poliamida con un baño de impregnación que, además de las sales de ácido graso solubles conformes a la definición, contenga también amidas de ácido carboxílico de la índole ya expuesta, en la

30.

285359



proporción cuantitativa establecida, se acaba el tratamiento del material, eventualmente guardado o empezado a secar ya sea por introducción en un baño caliente de ácido ("procedimiento del choque con ácido"), ya sea por vaporización. Pero

5. si las fibras se han impregnado con un baño carente de estas amidas, se prefiere como tratamiento térmico para el acabado de la tintura el procedimiento llamado "del choque con ácido".

La vaporización del material de fibra de poliamida impregnado se efectúa por los métodos usuales, para mayor ventaja con vapor neutro saturado. La lana y la seda se vaporizan a temperatura de 90 a 120°C aproximadamente, y las fibras sintéticas a temperatura de 90 a 140°C.

10.

La fijación del colorante al material de fibra de poliamida por tratamiento en un baño caliente de ácido se realiza según los métodos conocidos. El contenido de ácido es en este caso ventajosamente de unos 9 a 10 g por litro. Es ventajoso introducir el género en el baño de ácido a temperaturas de 80 a 98°C. Para el baño de ácido son apropiados los ácidos inorgánicos y los orgánicos. Como ejemplos de ácidos inorgánicos

15.

apropiados cabe mencionar el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico o el ácido clorhídrico; y como ejemplos de ácidos orgánicos apropiados, el ácido fórmico o el ácido acético.

20.

Se prefieren los ácidos orgánicos en particular el ácido fórmico. En muchos casos es útil añadir todavía al baño de ácido otras sales solubles en agua, de preferencia sales cálcicas solubles en agua de ácidos minerales, en particular el cloruro cálcico.

25.

Para enjuagar el género tratado mediante "choque con ácido" o respectivamente mediante vaporización, se emplea agua fría o caliente, que puede contener las materias

30.

285359



auxiliares corrientes en tintorerías, por ejemplo ácido fórmico o ácido acético, o también sustancias humectantes o activadoras de la deterción.

5. El procedimiento de este invento para teñir material de fibras de poliamida presenta, en comparación con procedimientos semejantes conocidos, las ventajas siguientes: el baño de impregnación es homogéneo y muy insensible a los electrolitos, por lo que en el trabajo continuo resulta más estable; se obtiene además, incluso en la producción de matices muy profundos, mejor uniformidad de la tintura; asimismo es posible teñir uniformemente, tanto en la superficie como en penetración, material de lana de diversa procedencia; las fibras teñidas según este invento adquieren un tacto más suave y se dejan hilar mejor; los baños de impregnación son fáciles de preparar, se conservan, por así decirlo, de manera ilimitada y prácticamente no ensucian la instalación; y por último puede renunciarse al secado previo del género impregnado, lo que ahorra tiempo y equipo.
- 10.
- 15.

20. Los ejemplos que siguen sirven para ilustrar el invento. En ellos las temperaturas se expresan en grados centígrados. Las partes, son, en tanto no se indique expresamente otra cosa, partes en peso. Las partes en peso se refieren a los volúmenes como el gramo al centímetro cúbico. C.I. significa "Colour Index" (Índice colorimétrico), segunda edición, 1956, publicado por la Society of Dyers and Colorists, de Bradford, Inglaterra, y la American Association of Textile Chemists and Colorists, de Lowell, Mass. Estados Unidos.
- 25.



985350

EJEMPLO 1

Se disuelven 40 partes del colorante monoazoico
cromoso:

5. 2-aminofenol-4-metilsulfona --- 1-fenil-3-metilpirazolona
(colorante:cromo = 2:1)
en una mezcla, caliente a 60°, de 300 partes de una solución
acuosa al 2,5% de alginato sódico y 30 partes de una mezcla
de transmisor de color constituido por:
 10. 1 parte de la sal bis-(beta-hidroxietyl)-amínica de ácidos
grasos de aceite de coco que contiene un poco de bis-
(beta-hidroxietyl)-amina en exceso, y
1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxietyl)-amida de ácido de
grasa de coco
 15. en 250 partes de agua. La solución obtenida se diluye hasta
1000 partes con agua caliente. La temperatura ha de ser de
60°. Con este baño se impregna franela de lana a 60°, se la
exprime hasta un contenido de líquido del 90-100% aproxima-
damente del peso de la fibra en seco y se la vaporiza con
vapor saturado, a unos 98°, durante 15 minutos. Luego se la-
va el género, primeramente con una solución que contiene 1g
por litro de éter nonilfenolpoliglicólico, se le enjuaga a
continuación con agua y luego se le lava con una solución
acuosa que contiene 2 cc por litro de ácido fórmico al 85%
y eventualmente se vuelve a enjuagar con agua.
 25. Se obtiene una tintura sobre lana de color anaran-
jado, homogénea, bien penetrada por el tinte y que no presen-
ta velo gris (el llamado efecto Sandwich).
 30. Si en este ejemplo se emplean, en lugar del colo-
rante mencionado, colorantes monoazoicos cromosos semejantes,

283359



carentes de grupos de ácido sulfónico y que presentan grupos de alquilsulfonilo inferior o eventualmente grupos sulfonamido substituidos con nitrógeno, del tipo 2 colorantes: 1 Cr, por ejemplo el colorante cromoso:

5. 2-aminofenol-5-sulfonamida --- 1-fenil-3-metilpirazolona, el colorante mixto cromoso:

2-amino-5-nitrofenol --- 2-hidroxinaftalina + 2-amino-5-nitrofenol --- 1-hidroxinaftalin-3,6-bis-sulfonmetilamida (mezcla de colorante: cromo = 2:1)

10. o el colorante monozoico cromoso:

2-aminofenol-4-metilsulfona --- 1-acetilamino-7-hidroxi-naftalina (colorante: cromo = 2:1)

y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo, se obtienen tinturas igualmente homogéneas y bien penetradas por el tinte en el caso individual de la franela de lana teñida de rojo, de azul marino o de gris.

15. Si en lugar de la mezcla de transmisor de color indicada en el párrafo 1º se emplea la misma cantidad de una mezcla constituida por:

1 parte de la sal sódica de ácidos grasos de aceite de coco y

25. 1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida de ácido graso de aceite de coco

o bien

2 partes de la sal N-metil-bis-(beta-hidroxi-etil)-amínica del ácido láurico o del ácido mirístico y

30. 1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida del ácido láu-

285359



rico o del ácido mirístico

o bien

1 parte de la sal metil-bis-(beta,gamma-dihidroxipropil)-
amínica del ácido graso de coco y

5.

1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxietil)-amida de ácido graso
de coco

y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo,

se obtienen tinturas igualmente homogéneas y bien penetradas

10.

por el tinte. La N,N-bis-(beta-hidroxietil)-amida del ácido
láurico se obtiene por reacción de éster metílico de ácido
láurico con bis-(beta-hidroxietil)-amina en presencia de me-
tilato sódico como catalizador, según la patente británica
631.367.

15.

EJEMPLO 2.

Se impregna a 60° franela de lana con un baño de
impregnación preparado según el ejemplo 1, párrafo 1°, y se

20.

la exprime hasta un contenido de líquido de alrededor del
80 a 100%. El tejido fulardeado se introduce en un baño
acuoso, calentado a unos 98°, que contiene 8 cc por litro
de ácido fórmico al 85% y se le deja en este baño durante

25.

5 minutos. Se presenta entonces un desteñimiento, sólo tran-
sitorio, del colorante en el baño tintóreo, desteñimiento que
desaparece pronto. Luego se lava la franela de lana así teñi-
da con una solución acuosa, caliente a 45°, de 0,5 g por li-
tro de éter nonilfenolpoliglicólico, durante 5 minutos, y a

30.

continuación se la enjuaga con agua fría. La tintura anaranja-
da que se obtiene está bien penetrada por el tinte y no presen-

285359



ta "velo gris" (el llamado efecto Sandwich).

Si en lugar de la mezcla de trasmisor de color indicada en el ejemplo 1, párrafo 1º, se emplea la misma cantidad de un producto constituido por:

5.
 - sal morfolinica de ácidos grasos de aceite de coco,
 - o bien
 - sal tri-(beta-hidroxietil)-amínica de ácidos grasos de aceite de coco,
 - o bien
10.
 - sal bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácidos grasos de aceite de coco,
 - o bien
 - sal dimetilamínica de ácidos grasos de aceite de coco,
 - o bien
 - sal metil-bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácidos grasos de aceite de coco,
 - o bien
15.
 - sal bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácidos láuricos,
 - o bien
 - sal bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácido pelargónico,
 - o bien
20.
 - sal etilamínica de ácidos grasos de aceite de coco,
 - o bien
 - 30 partes de una mezcla constituida por:
 - 1 parte de sal sódica de ácido graso de aceite de coco y
 - 1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxietil)-amida de ácido graso de aceite de coco.
25.
 - 30 partes de una mezcla constituida por:
 - 1 parte de sal sódica de ácido graso de aceite de coco y
 - 1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxietil)-amida de ácido graso de aceite de coco.
30.
 - 30 partes de una mezcla constituida por:
 - 1 parte de sal sódica de ácido graso de aceite de coco y
 - 1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxietil)-amida de ácido graso de aceite de coco.



o bien

285359

2 partes de sal potásica de ácido graso de aceite de coco
y

1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida de ácido gra-
so de aceite de coco

5.

y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo,
se obtienen tinturas igualmente buenas en cuanto a penetración
del tinte y homogeneidad.

10.

EJEMPLO 3.

Se fulardea a 40° franela de lana con un baño de
impregnación que, en lugar del colorante azoico metalizado
que se menciona en el primer párrafo del ejemplo 1, contiene
el colorante Polarbrillantrot B (C.I. 17995, rojo ácido 133)
y que se ha preparado en lo demás tal como se expone en el
ejemplo 1, párrafo 1° y se la exprime hasta un contenido de

15.

líquido de 100% aproximadamente. Luego se vaporiza el género
a unos 98° durante 15 minutos. A continuación se lava primera-
mente el género con una solución que contiene 1 g/litro de éter
nonilfenolpoliglicólico, luego se le enjuaga con agua y luego
se le lava con una solución acuosa que contiene 2 cc/litro de
ácido fórmico al 85% y eventualmente se vuelve a enjuagar con
agua.

20.

25.

Se obtiene una tintura sobre lana de color rojo,
homogénea, bien penetrada por el tinte y que no muestra velo
gris (el llamado efecto Sandwich).

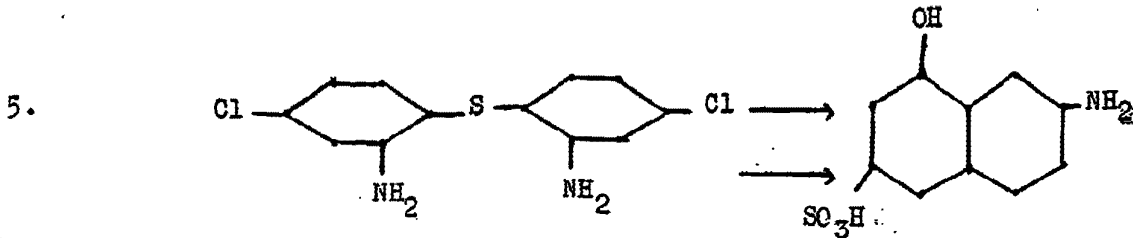
30.

Si en lugar del Polarbrillantrot B (rojo brillante
polar B) se emplea el colorante disazoico, copulado en medio



285359

ácido, de la fórmula

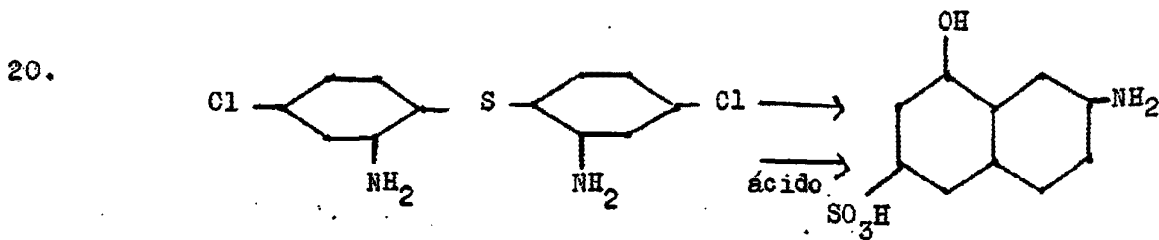


10. o el colorante Neolangelb 8 GE (C.I. amarillo ácido 101), que contiene cromo en la proporción 1 Cr : 1 colorante, y se procede en lo demás tal como se ha expuesto en el ejemplo, se obtiene un material rojo, o respectivamente amarillo, igualmente homogéneo y bien penetrado por el tinte.

15.

EJEMPLO 4.

Se disuelven 40 partes del colorante diazoico



25. en una mezcla, caliente a 60°, de 300 partes de una solución acuosa al 2,5% de alginato sódico y 30 partes de una mezcla de:

1 parte de sal bis-(beta-hidroxi-etil)-amínica de ácido graso de aceite de coco, que contiene un exceso de bis-(beta-hidroxi-etil)-amina, y

30.

285359



1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida de ácido gra-
so de aceite de coco

5. en 250 partes de agua. La solución obtenida se diluye hasta
1000 partes con agua caliente. La temperatura ha de ser de
unos 60°.

- Con este baño se impregna a 60° lana peinada, se
la exprime hasta un contenido de líquido del 100% aproxima-
damente y se la vaporiza a unos 98° durante 30 minutos. Luego
10. se enjuaga la lana peinada con una solución acuosa, caliente
a 50°, de 0,5 g/litro de un producto de condensación según la
patente norteamericana 2.089.212, se la enjuaga con agua a unos
30° y se la trata a continuación con una solución acuosa, ca-
liente a 30°, de 0,2 cc/litro de ácido fórmico al 85%; para
15. terminar, se la enjuaga una vez más con agua a 30°.

Se obtiene una lana peinada teñida homogéneamente
de rojo, que se puede peinar e hilar bien.

EJEMPLO 5.

20. Se disuelven 80 partes de negro Eriochrom A (C.I.
15 710) en una mezcla, caliente alrededor de 60°, de 300 par-
tes de una solución al 2,5% de alginato sódico y 30 partes de
una mezcla de:

25. 1 parte de sal bis-(beta-hidroxi-etil)-amínica de ácido
graso de aceite de coco, que contiene un exceso de bis-
(beta-hidroxi-etil)-amina, y
1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida de ácido gra-
so de aceite de coco, así como

30.

285359



2 partes de cromato potásico en 250 partes de agua caliente.

Se diluye la solución obtenida hasta 1000 partes con agua; la temperatura ha de ser de unos 60°.

5.

Con este baño se impregna a 60° lana peinada, se la exprime hasta un contenido de líquido de 100-110% aproximadamente y se la vaporiza con vapor saturado, a unos 98°, durante 30 minutos. Luego se enjuaga la lana peinada con una solución acuosa de 0,5 g/litro de un producto de condensación según la patente norteamericana 2.089.212, en una alisadora, se la enjuaga con agua a 30° y se la acidifica, en un nuevo baño, con una solución acuosa, caliente a 30°, de 5 cc/litro de ácido fórmico al 85%; por último se la vuelve a enjuagar con agua a 30°.

10.

15.

Se obtiene una lana peinada teñida homogéneamente de negro, que se puede peinar e hilar bien.

EJEMPLO 6.

20.

Se disuelven:

- 45 partes de rojo Eriochrom B (C.I. 18760),
- 27,5 partes de rojo brillante Eriochrom BL (C.I. 17 995) y
- 0,9 partes de azul Eriochrom SE (C.I. 16 680)

25.

en una mezola, caliente a 60°, de 300 partes de una solución acuosa al 2,5% de alginato sódico y 30 partes de una mezcla de:

30.

- 1 parte de sal bis-(beta-hidroxi-etil)-amínica de ácido graso de aceite de coco, que contiene un exceso de bis-(beta-hidroxi-etil)-amina, y

285359



1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida de ácido
graso de aceite de coco, así como

10 partes de cromato sódico

5. en 250 partes de agua caliente. Se diluye la solución obtenida
hasta 1000 partes con agua caliente. La temperatura ha de ser
de unos 60°.

10. Con este baño se impregna a 60° lana peinada, se la
exprime hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente
y se la vaporiza con vapor saturado, a unos 98°, durante 30 mi-
nutos. Luego se enjuaga la lana peinada con una solución acuosa,
caliente a 50°, de 0,5 g/litro de un producto de condensación
según la patente norteamericana 2.089.212, se la enjuaga con
agua a unos 30° y se la trata a continuación con una solución
15. acuosa, caliente a 30°, de 5 cc/litro de ácido fórmico al 85%;
por último, se la enjuaga otra vez con agua a 30°.

Se obtiene una lana peinada roja, homogéneamente
penetrada por el tinte y que se puede peinar e hilar bien.

20. Si en este ejemplo se emplea, en lugar de los co-
lorantes indicados, una mezcla de:

28 g/litro de cianina Eriochrom R (C.I. 42 571) y

0,9 g/litro de azul Eriochrom SE (C.I. 16 680)

25. y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo
se obtiene una lana peinada teñida correspondientemente de azul,
de tinte igualmente bueno tanto en la superficie como en pene-
tración.

E J E M P L O 7.

30. Con un baño de impregnación preparado según el ejem-



285359

5. plo 1, párrafo 1º, se impregna sarga de seda a 40º. Se exprime luego esta hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente y se la introduce en un baño acuoso, caliente a unos 98º, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85%. Se la deja en este baño durante 5 minutos y luego se lava la sarga de seda así teñida con una solución acuosa, caliente a 45º, de 0,5 g/litro de éter nonilfenolpoliglicólico; a continuación se la enjuaga con agua fría.

10. Se obtiene así una sarga de seda teñida de anaranjado, bien penetrada por el tinte, de buena igualdad y sin "velo gris" (el llamado efecto Sandwich).

15. Se obtienen tinturas amarillas correspondientes sobre sarga de seda, igualmente buenas en cuanto a penetración del tinte en el material y a la igualdad de las tinciones, si en lugar del colorante mencionado en este ejemplo se emplea el colorante Amarillo Neolan 8 GE (C.I. amarillo ácido 101) y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo.

20. EJEMPLO 8.

En una mezcla caliente a 80º, que contiene 300 partes de una solución acuosa al 2,5% de alginato sódico y 10 partes de una mezcla de:

25. 1 parte de sal bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácido graso de aceite de coco, que contiene un exceso de bis-(beta-hidroxietil)-amina,
30. 1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxietil)-amida de ácido graso de aceite de coco,

285359



20 partes de tris-(beta-hidroxietil)-amina y

270 partes de agua

se disuelven

37,5 partes del colorante monoazoico cromoso:

5. 2-carboxi-1-aminobenceno --- 1-fenil-3-metilpirazolona
(colorante: cromo = 2:1) y

14,0 partes del colorante monoazoico cromoso:

metilamida del ácido 2-aminofenol-4-sulfónico --- 1-carbe-
toxi-amino-7-hidroxinaftalina (colorante:cromo = 2:1)

10. y se diluye la solución obtenida hasta 1000 partes con agua
fría. La temperatura de la solución es ahora de unos 40°.

Con este baño se impregna tela de nilón, que se
exprime luego hasta un contenido de líquido del 50% aproxi-
madamente del peso de la fibra, se vaporiza durante 8 minutos
15. a temperatura de unos 130° y después se enjuaga con agua calien-
te y a continuación con agua fría.

Se obtiene una tela de nilón de color oliváceo, bien
penetrada por el tinte y de buena uniformidad de tintura.

20.

EJEMPLO 9

Con un baño de impregnación preparado según el ejem-
plo 8, párrafo 1°, pero que contiene solamente 2/3 de la can-
25. tidad de colorante indicada en dicho ejemplo, se impregna te-
la de nilón a 40°. Luego se exprime ésta hasta un contenido de
líquido del 50% aproximadamente del peso de la fibra, se la in-
troduce en un baño acuoso, caliente a unos 98°, que contiene
4 cc/litro de ácido fórmico al 85%, se trata al género en este
30. baño durante 4 minutos y luego se enjuaga la tela de nilón, así



285359

teñida, con agua caliente y con agua fría. Se obtiene una tinte olivácea buena y homogénea.

EJEMPLO 10

5.

Una tela de poli-epsilon-aminocaprolactamo (perlón, Unión de la marca Perlón, sociedad registrada, Frankfurt a.L., Alemania) se impregna a 40° con un baño de impregnación preparado conforme al ejemplo 9 y luego se la exprime hasta un contenido de líquido del 50% aproximadamente del peso de la fibra y se la seca, en condiciones de termofijación, a unos 190° durante 45 segundos.

10.

La tela de perlón así impregnada se introduce en un baño acuoso, caliente a unos 98°, que contiene 4 cc/litro de ácido fórmico al 85°. Se la deja hirviendo durante 4 minutos en este baño y a continuación se la enjuaga con agua caliente y con agua fría.

15.

Se obtiene una tela de perlón teñida de color oliváceo, homogéneamente penetrada por el tinte.

20.

EJEMPLO 11

Se disuelven 2,5 partes del colorante monoazoico cobaltoso:

25.

metilamida de ácido 2-aminofenol-4-sulfónico --- 1-fenil-3-metilpirazolona (colorante:cobalto = 2:1)

y 0,5 partes del colorante monoazoico cromo:

2-amino-4-nitro-fenol --- 1-fenil-3-metil-pirazolona (colorante:cromo = 2:1)

30.

285359



en una mezcla, caliente a 80°, de 300 partes de una solución acuosa al 2,5% de alginato sódico y 30 partes de una mezcla de:

5. 1 parte de sal bis-(beta-hidroxi-etil)-amínica de ácido graso de coco, que contiene un exceso de bis-(beta-hidroxi-etil)-amina, y
- 1 parte de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida de ácido graso de aceite de coco.

10. La solución obtenida se diluye con las partes de agua fría necesarias para que se obtengan 1000 volúmenes. Con este baño se impregna a 40° lana peinada, que se exprime hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente respecto al material de fibra y luego se vaporiza a unos 98° con vapor saturado, durante 15 minutos.

15. A continuación se lava primeramente el género con una solución que contiene 1 g/litro de éter nonilfenolpoliglicólico y 1 cc/litro de solución concentrada de amoníaco, se le enjuaga luego con agua y después se le lava con una solución acuosa que

20. contiene 2 cc/litro de ácido fórmico al 85%; eventualmente se le vuelve a enjuagar con agua.

25. La lana peinada así teñida de rojo anaranjado muestra buena penetración del tinte e igualdad. El tacto del género es muy abierto y voluminoso y el material se puede peinar e hilar bien.

E J E M P L O 12.

30. Con una solución preparada como en el ejemplo 1, párrafo 1°, pero que en lugar de 300 partes de solución de alginato sódico contiene 500 partes de solución de alginato

285359



sódico y en lugar del colorante allí indicado contiene 40 partes del colorante monoazoico cromoso:

etilamida de ácido 2-aminofenol-4-sulfónico --- 1-acetilamino-7-hidroxinaftalina (colorante:cromo = 2:1),

5. se estampa, de la manera conocida para la estampación Vigoureux, lana peinada, con una absorción de líquido del 60% aproximadamente.

10. El tratamiento final del género estampado, mediante vaporización y enjuague, se efectúa como se ha indicado en el ejemplo 1.

Se obtiene una lana peinada teñida de gris, que se distingue por un tacto pleno y voluminoso y se deja peinar e hilar bien.

15.

EJEMPLO 13

Se disuelven 40 partes del colorante monoazoico cromoso:

2-aminofenol-4-metilsulfona --- 1-acetilamino-7-hidroxinaftalina (colorante:cromo = 2:1)

20.

en una mezcla, caliente a 60°, de 300 partes de una solución acuosa al 2,5% de alginato sódico y 30 partes de sal metilbis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácido graso de aceite de coco en 250 partes de agua. La solución obtenida se completa con agua hasta 1000 partes. La temperatura de la solución debe ser de unos 60°.

25.

Con este baño se impregna a 60° franela de lana, que se exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente. El tejido fulardeado se introduce en un baño acuoso,

30.

285359



caliente a unos 98°, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85% y se le deja en este baño durante 5 minutos. Luego se lava la franela de lana, así teñida de gris, con una solución acuosa, caliente al 45°, de 0,5 g/litro de éter nonilfenol-

5. poliglicólico y a continuación se la enjuaga con agua fría. Se obtiene así una franela de lana gris, bien penetrada por el tinte, de buena igualdad y sin velo gris (el llamado efecto Sandwich).

10. Si en este ejemplo se emplea, en lugar del colorante mencionado, el colorante monoazoico cobaltoso:

2-amino-4-clorofenol --- metilamida de ácido 2-hidroxi-naftalin-6-sulfónico (colorante:cobalto = 2:1)

o el colorante monoazoico cromoso:

15. 2-amino-4-clorofenol ---- 1-hidroxi-naftalin-3-sulfonamida (colorante:cromo = 2:1)

y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo, se obtiene franela de lana correspondientemente teñida de rojo rubí o respectivamente azul, con penetración del tinte igualmente buena y la misma uniformidad de las tinturas.

20. Se obtienen tinturas igualmente buenas si, en lugar de la sal metil-bis-(beta-hidroxi-etil)-amínica indicada en el ejemplo, se emplea la sal metilamínica, la sal morfolinica, la sal tri-(beta-hidroxi-etil)-amínica, la sal bis-(alfa-metil-beta-hidroxi-etil)-amínica, la sal sódica o la sal potásica de ácido graso de aceite de coco, o bien la sal beta-hidroxi-etil-amínica del ácido láurico.

25.

E J E M P L O 14

30.

Se fulardea a unos 60° lana peinada, emplean-

285359



do un baño de impregnación que, en lugar del colorante azoico metalizado que se menciona en el párrafo 1º del ejemplo 13, contiene el colorante Rojo Brillante Polar B (C.I. 17 995, rojo ácido 133) y que en lo demás se ha preparado tal como está descrito en el ejemplo 13, párrafo 1º, y se la exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente. Luego se introduce la lana peinada en un baño acuoso, caliente a unos 98º, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85% y se la deja en este baño durante 5 minutos.

10. A continuación se lava la lana peinada en una alisadora, con una solución acuosa, caliente a 50º, de 0,5 g/litro de éter nonilfenolpoliglicólico, se la enjuaga con agua a 30º, se la trata en un nuevo baño con una solución acuosa de 1,5 cc/litro de ácido fórmico al 85% y seguidamente se la enjuaga con agua a 30º.

15. La lana peinada, así teñida de rojo, muestra buena penetración del tinte y se deja peinar e hilar bien.

20. Si en lugar del Rojo Brillante Polar B se emplean los colorantes mencionados en el ejemplo 3, párrafo 3º, se obtiene lana peinada de color rojo o respectivamente amarillo, con penetración del tinte igualmente buena y homogénea.

EJEMPLO 15

25. Con un baño de impregnación preparado según el ejemplo 6, párrafo 4º, se impregna a 60º lana peinada, que se exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente. Luego se introduce el género fulardeado en un baño acuoso, caliente a unos 98º, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al

30.

35359



85% y se le deja en este baño durante 5 minutos. Luego se lava el género con una solución acuosa, caliente a 45°, de 0,5 g/litro de éter nonilfenolpoliglicólico y a continuación se le enjuaga con agua fría.

5.

La lana peinada así obtenida está bien penetrada por el tinte y las tinturas azules son muy uniformes, sin que se presente velo gris (el llamado efecto Sandwich).

10.

E J E M P L O 16

Se disuelven 40 partes del colorante Azul Eriochrom SE (C.I. 16.680) en una mezcla, caliente a 60°, de 300 partes de una solución acuosa al 2,5% de alginato sódico y 30 partes de sal metil-bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácido graso de aceite de coco y 10 partes de cromato potásico en 250 partes de agua. La solución obtenida se completa hasta 1000 partes con agua. La temperatura debe ser de 60°.

15.

20.

Con este baño se impregna a 60° franela de lana, que se exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente. El género fulardeado se introduce en un baño acuoso, caliente a unos 98°, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85% y se le deja en este baño durante 5 minutos. Luego se lava la franela de lana, así teñida de azul, con una solución acuosa, caliente a 45°, de 0,5 g/litro de éter nonilfenolpoliglicólico y a continuación se la enjuaga con agua fría. Se obtiene así una franela de lana bien penetrada de azul, con buena igualdad y sin velo gris (el llamado efecto Sandwich).

25.

Si en este ejemplo se emplea, en vez del colorante mencionado, Amarillo Eriochrom G (C.I. 25.100) o Rojo Eriochrom G

30.



185359

5. (C.I. 18.750) y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo, se obtiene franela de lana teñida correspondientemente de amarillo o respectivamente de rojo, con penetración del tinte igualmente buena y la misma homogeneidad de la tinctura.

EJEMPLO 17

10. Se impregna y se vaporiza del modo expuesto en el ejemplo 1 franela de lana. El género todavía húmedo se introduce en un baño acuoso, caliente a unos 98°, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85% y se le deja en este baño durante 5 minutos. Luego se lava la franela de lana, así teñida, en una solución acuosa, caliente a 45°, de 0,5 g/litro de éter nonilfenolpoliglicólico y a continuación se la enjuaga con agua fría.

15. Se obtiene así una franela de lana de color anaranjado, bien penetrada por el tinte, de buena igualdad y sin "velo gris" (el llamado efecto Sandwich).

20.

EJEMPLO 18

25. Se impregna y se vaporiza de manera análoga a la del ejemplo 1 un tejido compuesto de 45 partes de lana y 55 partes de Terylene (ICI, Manchester, Inglaterra). Se obtiene sobre la parte de lana del tejido una tinctura anaranjada, mientras la parte de poliéster permanece prácticamente sin teñir.



295359

EJEMPLO 19

5. Se impregna y se vaporiza de manera análoga a la del ejemplo 1 un tejido mixto de lana y triacetato de celulosa. Se obtiene sobre la porción de lana del tejido una tinte anaranjada, mientras la porción de triacetato permanece prácticamente sin teñir.



285359

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza núm. 2226/62 del 23 de Febrero de 1962.

5. 1. Procedimiento para teñir fibras de poliamida, caracterizado por el hecho de que se las impregna con una solución acuosa, eventualmente espesada, de colorantes ácidos para lana, la cual contiene como transmisor fundamental de color una cantidad eficaz de sales solubles de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14 átomos de carbono, y eventualmente otras materias auxiliares, a temperaturas inferiores a la temperatura de fijación de dichos colorantes, y se acaba en caliente el género tratado, con enjuague consecutivo.
10. 2. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el baño de impregnación con colorante contiene sales alcalinas, alquilamónicas o hidroxialquilamónicas de los ácidos grasos de aceite de coco.
15. 3. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que el baño de impregnación con el colorante contiene también sales solubles de ácidos alginicos, como espesante.

285359



4. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el baño de impregnación con colorante contiene como ulterior materia auxiliar amidas de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14 átomos de carbono, las cuales se derivan de aminas primarias y secundarias que presentan por lo menos un grupo hidroxialquilo inferior, siendo la proporción de peso de las amidas de ácido respecto a las sales carboxílicas solubles de 2:1 a 1:2 aproximadamente.
- 5.
10. 5. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que el baño de impregnación con colorante contiene como ulterior materia auxiliar por lo menos una bis-(hidroxialquilo)-amida de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, de 8 a 14 átomos de carbono.
15. 6. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que el género impregnado, y eventualmente empezado a secar, se introduce en un baño caliente de ácido y luego en enjuaga.
20. 7. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 4 y 5, caracterizado por el hecho de que el género impregnado y eventualmente almacenado se vaporiza y luego se enjuaga.
25. 8. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el baño de impregnación apto para teñir fibras de poliamida por impregnación de ésta a temperaturas por debajo de la temperatura de fijación de los colorantes para lana presentes, con acabado en caliente de la tintura, presenta como trasmisor fundamental del color una can-



285359

tividad eficaz de sales solubles de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados que contienen de 8 a 14 átomos de carbono, además de por lo menos un colorante ácido para lana y eventualmente otras materias auxiliares.

5.

9. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 8, caracterizado por el hecho de que el baño contiene sales alcalinas, alquilamónicas o hidroxialquilamónicas de ácidos grasos de aceite de coco.

10.

10. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 8 y 9, caracterizado por el hecho de que el baño contiene sales solubles de ácidos alginicos, como espesante.

15.

11. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado por el hecho de que el baño contiene, en cantidad apta para transmisión del color, una mezcla constituida por una sal soluble, por lo menos, de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, de 8 a 14 átomos de carbono, y una amida, por lo menos, de estos ácidos y aminas primarias o secundarias, que contienen por lo menos un grupo hidroxialquilo inferior, en la proporción de peso de 2:1 a 1:2 aproximadamente.

20.

25.

12. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 11, caracterizado porque el baño contiene por lo menos una bis-(hidroxialquil)-amida de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, de 8 a 14 átomos de carbono.

13. Procedimiento para teñir fibras de poliamida.

285359



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 33 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de la documentación reseñada en el índice.

5.

Madrid, a 22 de Febrero de 1963

J.R. GEGY, A.G.

p.a.

JANIE ISEPN MIRALLES

P.P.