

CASE 16864



287621

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

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

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

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

- Es sabido que el material de fibra a base
5. de poliamida puede teñirse de manera continua. Un procedimiento conocido consiste, por ejemplo, en impregnar lana con una solución acuosa, si es preciso espesada, de co-



lorantes ácidos para laca, a temperaturas por debajo de la temperatura de fijación de estos colorantes, en someter luego a un principio de secado el género impregnado y en introducirlo, para la fijación del colorante, en un baño de ácido caliente ("procedimiento del choque con ácido")

5. y enjuagar el género así tratado. Como este procedimiento presenta desventajas, pues, produce, por ejemplo, tinturas irregulares, no ha adquirido importancia práctica.

Como desarrollo ulterior de este procedimiento

10. se ha propuesto ya la adición de agentes transmisores del color al baño de impregnación. En concepto de tales, las mejoras resultados los han dado los productos de condensación, solubles en agua, a base de ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, o a base de mezclas de dichos ácidos, con 2 equivalentes de dialcanolamina. Estos productos de condensación se conocen con el nombre de bases Kritchevaky y están

15. descritos en la patente norteamericana 2.089.212.

No obstante, también el empleo de estos baños de impregnación implica todavía una serie de inconvenientes. Ante todo, estos baños de impregnación no

20. son estables, pues con frecuencia, sin influencias externas visibles, se disgregan al cabo de algunas horas de manera irreversible en una fase pobre en materia auxiliar y una fase rica en materia auxiliar, la cual contiene la

25. mayor parte del colorante. Esta formación de fases en el baño de impregnación dificulta el tinte homogéneo, sobre todo para grandes metrajes.

La tendencia a la formación de fases se ha tenido



387021

por la propiedad decisiva de los baños de impregnación utilizables. Sin embargo, la práctica ha demostrado que los baños de impregnación del procedimiento conocido en cuestión dan tinturas utilizables únicamente cuando pre-

5. presentan un contenido cuidadosamente armonizado de colorante, electrolitos y materias auxiliares. La formación de fases depende considerablemente del contenido de sales del baño de impregnación. Pero el arrastre de electrolitos al baño es inevitable si, efectuando el procedimiento de manera continua, se emplea por ejemplo lana carbonizada y neutralizada que no se ha lavado con el cuidado suficiente. Tales influencias merman la regularidad de las tinturas del procedimiento conocido. Además, resulta necesario (siempre que la fijación del colorante se efectúe por introducción en un baño de ácido caliente) un secado previo del género impregnado, con el fin de evitar el desteñimiento en el baño de ácido.
- 10.
- 15.

Ahora se ha descubierto que, en contra de la opinión imperante, se obtienen sorprendentemente baños de impregnación sumamente aptos para el tinte continuo de fibras de poliamida natural y sintética si se mezclan a las soluciones acuosas de colorante, como agente transmisor de color, materias auxiliares que no confieran a estos baños, ni por el reposo prolongado ni por la alteración del contenido de electrolitos dentro de los límites técnicos usuales, la propiedad de formar fase.

20.

25.

Según el invento aquí expuesto se emplean soluciones acuosas, si es preciso espesadas, de colorantes



287621

- ácidos para lana, que contienen, como agente esencial transmisor de color, una cantidad eficaz de sales solubles de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, con 8 a 14 átomos de carbono, así como éteres poliglicólicos de alcoholes grasos o ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, que presentan 4 a 12 grupos etéreos, y en ocasiones otras materias auxiliares más. Con tales soluciones se impregnan, a temperaturas inferiores a la temperatura de fijación de estos colorantes, fibras de poliamida natural o sintética y el género tratado se acaba por medio del calor y eventualmente por acción de ácidos, con lavado consecutivo. Mientras con el empleo de bases Kritchevsky se necesitan, para mantener la monofasicidad del baño tintóreo, adiciones de dispersantes anión-activos no espumosos, de la clase de los ácidos sulfónicos aromáticos o de sus sales solubles en agua, en particular el ácido beta-tetrahidronaftalínsulfónico o una mezcla de ácido alfa- y beta-tetrahidronaftalínsulfónico o de sus sales solubles en agua, el procedimiento aquí expuesto permite sorprendentemente pasarse sin esos aditivos, con lo cual se simplifica y abarata considerablemente la operación.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Con el procedimiento de este invento se obtienen tinturas uniformes aún con grandes metrajes. Además, puede emplearse un baño de ácido caliente prescindiendo del secado intermedio, sin que se produzca destemimiento importante. La temperatura de fijación de los colorantes empleados, o sea la temperatura a la que el
- 25.



197021

colorante se fija a la fibra en un minuto aproximadamente, es por lo general de 70° C o más. En el procedimiento de este invento la impregnación debe efectuarse por debajo de esta temperatura de fijación.

5. El procedimiento de este invento sirve admirablemente para el tinte continuo de poliamidas, y en particular de la lana.
- Como sales de ácidos carboxílicos alifáticos saturados apropiados, se emplean, por ejemplo, las sales alcalinas, como las sales líticas, sódicas, o potásicas y las sales amónicas o las sales amónicas N-alquil- o -hidroxialquil- o -alcoxialquil-substituídas del ácido caprílico, pelargónico, cáprico, láurico o mirístico o de las mezclas de ácidos englobadas con el nombre colectivo de ácidos grasos de aceite de coco, del ácido deciloxiacético, del ácido lauriloxiacético, del ácido deciltioacético o del ácido lauriltioacético. Ejemplos de sales amónicas N-substituídas de los ácidos mencionados son las que se derivan de aminas primarias, secundarias o terciarias, por ejemplo de monoalquilaminas, como la metil-, la etil-, la propil- o la isopropilamina, de hidroxialquilaminas, como la beta-hidroxietil-, o la beta- e gamma-hidroxipropilamina; de dialquilaminas, como la dimetilamina o la dietilamina; y de bis-(hidroxialquil)-aminas, como la bis-(beta-hidroxietil)-amina o la bis-(gamma-hidroxipropil)-amina; o de bis-(beta,gamma-dihidroxipropil)-amina, de N-alquil-N-(hidroxialquil)-aminas, como la N-metil- o N-etil-N-(beta-hidroxietil)- o - (gamma-hidroxipropil)-amina; así como de bases fuertes de nitrógeno cíclico, como por ejemplo de la morfolina, de las trialquilaminas, en particular de tri-(hidroxialquil)-aminas, por ejemplo
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



287621

-2

5. de tri-(beta-hidroxietil)-amina; de N-alquil-bis-N-(hidroxialquil)-aminas, como la N-metil- o la N-etil-N,N-bis-(beta-hidroxietil)- o -bis-)beta- o gamma-hidroxipropil)-amina o la N-etil-N,N-bis-(beta-gamma-dihidroxipropil)-amina; o de diaminas, en particular de diaminas hidroxialquiladas, como por ejemplo la tetrahidroxietil-etilendiamina.

10. Excelentes resultados han dado las sales alcalinas, las sales alquilamónicas o las sales hidroxialquilamónicas, sobre todo las sales (beta-hidroxietil)-amónicas, bis-(beta-hidroxietil)-amónicas, bis-(gamma-hidroxipropil)-amónicas, metil-(beta-hidroxietil)-amónicas, metilbis-(beta-hidroxietil)-amónicas o metil-(beta,gamma,dihidroxipropil)-amónicas de los ácidos grasos de aceite de coco,

15. En concepto de éteres poliglicólicos entran en consideración los productos de reacción de 4 a 12, y de preferencia 5 a 10, equivalentes de óxido de etileno con el equivalente, por ejemplo, de alcohol octílico, decílico, dodecílico o tetradecílico o con uno de los ácidos grasos mencionados precedentemente. La proporción en peso del éter poliglicólico respecto a las sales solubles debe ser aproximadamente de 2:1 a 1:2.

25. Como otras materias auxiliares de eventual presencia en el baño de impregnación, cabe mencionar a título de ejemplo, sales inorgánicas como el cloruro de o el sulfato sódicos; ácidos, como el ácido acético, y en particular también sales de ácido crómico cuando se emplean colorantes metalizables, pero sobre todo (para



287621

mejorar todavía, si es preciso, la estabilidad del baño de impregnación en ambiente ácido) amidas de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14 átomos de carbono, derivadas de aminas primarias y secundarias que

5. presentan por lo menos un grupo hidroxialquílico inferior. Por ejemplo, se derivan amidas apropiadas de los ácidos grasos superiores antes mencionados y monohidroxialquilaminas, por ejemplo beta-hidroxi-etilamina, gamma-hidroxipropilamina, o beta, gamma-dihidroxipropilamina,
10. bis-(hidroxialquil)-aminas, como la bis-(beta-hidroxi-etil)-amina o la bis-(gamma-hidroxipropil)-amina o la bis-(alfa-metil-beta-hidroxi-etil)-amina, N-alquil-N-(hidroxialquil)-aminas, como la N-metil- o la N-etil-N-(beta-hidroxi-etil)-amina o la N-metil- o la N-etil-N-(gamma-hidroxipropil)-amina, así como los 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-etoxipropilamina.
- 15.
20. Se prefieren las bis-(hidroxialquil)-amidas, sobre todo aquellas cuyos radicales hidroxialquílicos, contienen dos o tres átomos de carbono, como las bis-(beta-hidroxi-etil)-amidas o bis-(gamma-hidroxipropil)-amidas de los ácidos grasos descritos precedentemente.
25. Los colorantes ácidos para lana utilizables según este invento, o sea los colorantes cuyo componente cromógeno es un anión y que tiñen en baño neutro hasta ligeramente ácido, pueden pertenecer a cualquier clase



287621

de colorantes. Puede tratarse, por ejemplo, de colorantes monoazoicos o poliazóicos, sin metal, provisto de metal pesado o metalizables, de colorantes antraquinónicos, ftalocianínicos o nítricos. El procedimiento de este

5. te invento se presta en particular para teñir con colorantes azoicos metalizables, en tal caso en presencia de sales de ácido crómico solubles, o con colorantes monoazoicos metalizados que contengan 2 moléculas de colorantes azóico ligadas a 1 átomo de metal pesado, como cromo o cobalto.
- 10.

En calidad de espesantes se emplean en la estampación textil productos conocidos, en particular las sales solubles en agua de ácidos algínicos. Pero también pueden hallar empleo los derivados de celulosa, como la metilcelulosa o las sales solubles de la carboximetilcelulosa.

- 15.
- Conforme a este invento pueden teñirse fibras de poliamida tanto naturales como artificiales. Ejemplos de poliamidas naturales son la lana y la seda, y de poliamidas artificiales, el Nylon, el Perlon (Unión de la Marca Perlon, sociedad registrada, Frankfurt am Main), Rilsan (Société Organico, de Paris, Francia) o Grilon (F. Emser Werke, Ems. Suiza), etc.; para las poliamidas artificiales, es ventajoso en ocasiones, después de la impregnación, un principio de secado en condiciones de termofijación, o sea a temperatura de 150 a 250° por ejemplo.
- 20.
- 25.
- Para el procedimiento tintóreo de este invento entra primordialmente en consideración la lana acabada en con-



287621

diciones suaves, por ejemplo en un baño de ácido caliente hasta hirviendo o por vaporización.

- El material poliamídico puede teñirse según este invento en la forma que se quiera, por ejemplo en
5. forma de floca, peinado, hilaza o tejidos. Se le puede teñir también en forma de fibras mixtas, como fibras de celulosa mezcladas o incrustadas con poliamidas, y en particular también en forma de tejidos mixtos, sobre todo en forma de tejidos mixtos de lana y fibras
 10. de poliéster, como el acetato de celulosa, las fibras de triacetato de celulosa y en particular las de ésteres diólicos de ácido politereftálico. Asimismo puede teñirse solamente la porción de poliamida según el invento y la porción de poliéster con colorantes de dispersión.
 15. La impregnación del material de fibras se efectúa, por ejemplo, mediante estampación, recubrimiento o rociado, pero de preferencia por fulardeo. Las soluciones de impregnación según este invento se preparan ventajosamente mezclando soluciones acuosas calientes de colorante en concentración apropiada, que en ocasiones contienen espesantes, con la cantidad deseada de las sales de éter poliglicólico y ácido graso según la definición, así como eventualmente con otras materias auxiliares,
 20. siendo la proporción en peso de las sales de ácido monocarboxílicos alifáticos saturados y con 8 a 14 átomos de carbono, respecto a los ésteres poliglicólicos de alcoholes grasos o ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, que presentan 4 a 12 grupos etéreos, de preferen-
 - 25.



287621

cia de 1:1 aproximadamente.

El baño de impregnación debe contener, de preferencia, unos 10 a 60 g/litro de una sal soluble de ácidos, monocarboxílicos alifáticos saturados, con 8 a 14 átomos de carbono, y 5 a 30 g/litro de éter poliglicólico de alcoholes grasos o ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, que presentan 4 a 12 grupos etéreos, y si se espresico otras materias auxiliares, en particular una amida de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados y provistos de 8 a 14 átomos de carbono.

El material de fibra de poliamida 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 de alrededor del 40 al 110% del peso de la fibra,

El acabado del género impregnado se efectúa introduciéndolo en un baño de ácido caliente (el llamado "procedimiento del choque con ácido") o por vaporización.

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

La fijación del colorante al material de fibra de poliamida por tratamiento en baño de ácido caliente se realiza según métodos conocidos, El contenido de ácido es ventajoso que sea en este caso de unos 5 a 15 g/litro. El género se introduce con ventaja en el baño de ácido



287621

a temperatura de 80 a 98° C. Para el baño de ácido son apropiados los ácidos inorgánicos y orgánicos. Como ejemplos de ácidos inorgánicos apropiados cabe mencionar el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico o el ácido clorhídrico, y como

5. ejemplos de ácidos orgánicos apropiados, el ácido fórmico o el ácido acético. Se prefieren los ácidos orgánicos, en particular el ácido fórmico. En muchos casos es útil agregar todavía al baño de ácido sales solubles en agua, de preferencia sales cálcicas, solubles en agua, de ácidos, minerales, en particular el cloruro cálcico. Se puede desarrollar por vaporización y/o con ácido diluido caliente.
- 10.

Para enjuagar el género tratado por "choque de ácido" o respectivamente por vapor se emplea agua fría o caliente, que puede contener las materias auxiliares corrientes en tintorería, por ejemplo ácido fórmico o ácido acético o también sustancias humectantes o de actividad detergente.

- 15.
- El procedimiento de este invento para teñir material de fibra de poliamida presenta, en comparación con procedimientos semejantes conocidos., las ventajas siguientes: El baño de impregnación es homogéneo y muy insensible a las sales, los álcalis e incluso los ácidos débiles; por lo tanto, es más estable en el trabajo continuo, proporciona mejor homogeneidad de la tintura, incluso cuando se producen matices muy profundos, y además es posible teñir homogéneamente, tanto en la superficie como en penetración material de lana de diversa procedencia;
- 20.
- 25.

2 MAY 1956



237021

por otra parte, las fibras teñidas según este invento ad-
 quieren un tacto más suave, y se dejan hilar mejor, los be-
 ños de impregnación son fáciles de preparar, resultan, por
 así decirlo, ilimitadamente estables y prácticamente no en-
 5. sucian los aparatos; por último, puede renunciarse al se-
 cado previo del género impregnado, lo cual ahorra tiempo
 y gastos de instalación.

Los ejemplos que siguen sirven para ilustrar
 el invento. En ellos las temperaturas están indicadas en
 10. grados centígrados. Las partes en tanto no se indique ex-
 presamente otra cosa, son partes en peso. Las partes en
 peso se refieren a los volúmenes como el gramo al centí-
 metro cúbico. I.C. significa Índice Colorimétrico (COLOUR
 INDEX), segunda edición, 1956, editado por la Sociedad
 15. de Tintoreros y Coloristas de Bradford, Inglaterra, y la
 Asociación Americana de Químicos y Coloristas Textiles
 de Lowell, Mass. EE.UU.

E J E M P L O 1.

20. Se disuelven 40 partes del colorante monoazoico
 cromado:

2-aminofenil-4-metilsulfona----->1-fenil-3-metilpi-
 razolona (colorante; cromo=2:1)

en una mezcla, calentada a 60°, de 300 partes de una so-
 lución acuosa al 2,5% de alginato sódico y 30 partes

25. de una mezcla de transmisor de color constituida por 1 par-
 te de sal bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácidos grasos
 de aceite de coco y 1 parte del producto de condensación



a base de 1 mol de alcohol dodecílico y 5 moles de óxido de etileno en 250 partes de agua. La solución obtenida se diluye con agua caliente hasta 1000 partes. La temperatura debe ser de 60°.

5. Con este baño, ajustado a pH de 6,5 por medio de ácido acético, se impregna franela de lana a 60°, se la exprime hasta un contenido de baño del 90 al 100% aproximadamente del peso de fibra en seco y se la vaporiza con vapor saturado, a 98-100°, durante 15 minutos. A
10. continuación se lava continuamente el género con una solución que contiene 1 g/litro de éter poliglicólico de monilfenol, se le enjuaga luego con agua, se le lava con una solución acuosa que contiene 2 cc(litro de ácido fórmico al 85% y eventualmente se le vuelve a enjuagar con
15. agua. Se obtiene una tintura sobre lana de color anaranjado, regular y bien penetrada por el tinte, que no muestra ningún velo gris (el llamado efecto Sandwich).

Si en este ejemplo se emplean, en lugar del colorante mencionado, colorantes monoazoicos cromados semejantes, que presentan grupos alquilsulfónicos inferiores carentes de grupos de ácido sulfónico, o eventualmente grupos de sulfonamida substituidos por nitrógeno, y del tipo de 2 moles de colorante azóico: 1 átomo de cromo, por ejemplo el colorante cromado:

25. 2-amino fenol-5-sulfonamida-----> 1-fenil-3-metil-pirazolona,

el colorante mixto cromado:

2-amino-5-nitro fenol-----> 2-hidroxinaftalina+

2-amino-5-nitro fenol-----> 1-hidroxinaftalina-



187321

3,6-bis-sulformetilamida (mezcla de colorante: cromo=2:1)

o el colorante monoszoico cromado:

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

5. y se procede en lo demás tal como está indicado en el ejemplo, se obtienen tinturas igualmente bien penetradas por el tinte y regulares, y en cada caso individual se obtiene franela de lana teñida de rojo, de azul marino o de gris.

10. Si en lugar de la mezcla transmisora de color indicada en el párrafo primero se emplea la misma cantidad de una mezcla constituida por: 1 parte de la sal sódica o potásica de ácidos grasos de aceite de coco y 1 parte del producto de condensación a base de 1 mol de alcohol decílico

15. y 6 moles de óxido de etileno o 1 parte de sal n-metil-n-(beta-hidroxietil)-amínica del ácido láurico o mirístico y 1 parte del producto de condensación a base de 1 mol de alcohol tetradecílico y 6 moles de óxido de etileno y se procede en lo demás tal como está indicado en el ejemplo

20. se obtienen tinturas igualmente bien penetradas por el tinte y regulares.

E J E M P L O 2.

25. Se impregna a 60° franela de lana con un baño de impregnación preparado según el ejemplo 1, párrafo 1º, y se la exprime hasta un contenido de líquido del 90 al 100% aproximadamente. El tejido fulardeado se introduce en un baño acuoso, calentado a 98° y que con-



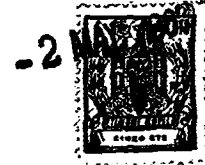
287621

tiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85%, y se le deja en este baño durante 5 minutos. Se produce entonces un desteñimiento, tan solo transitorio y que pronto desaparece, del colorante en el baño ácido. A continuación

- 5. la franela de lana así teñida se lava con una solución acuosa, calentada a 45º, de 0,5 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol, durante 5 minutos, y luego se la enjuaga con agua fría. La tintura anaranjada obtenida esta bien penetrada por el tinte y no presenta ningún
- 10. "velo gris" (el llamado efecto Sandwich).

Si en lugar de la mezcla de transmisor de color indicada en el ejemplo 1, párrafo 1º, se emplea la misma cantidad de una mezcla compuesta por 1 parte de sal

- 15. tri-(beta-hidroxietyl)-amínica de ácidos grasos de aceite de coco o 1 parte de sal bis-(beta-hidroxietyl)-amínica de ácidos grasos de aceites de coco, o 1 parte de sal dimetilamínica de ácidos grasos de aceite de coco o 1 parte de sal morfolínica de ácidos grasos de aceite de coco o 1 parte de sal n-metil-n,n-bis-(beta-hidroxietyl)-
- 20. amínica de ácidos grasos de aceite de coco o 1 parte de sal bis-(beta-hidroxietyl)-amínica de ácido láurico o 1 parte de sal bis-(beta-hidroxietyl)-amínica de ácido pelargónico o 1 parte de sal etil-amínica de ácidos grasos de aceite de coco o 1 parte de sal sódica o potásica
- 25. de ácidos grasos de aceite de coco; y en cada caso 1 parte del producto de condensación a base de 1 mol de alcohol dodecílico y 5 moles de óxido de etileno y se procede en lo demás tal como está indicado en el ejemplo,



se obtienen tinturas igualmente buenas por la penetración del tinte y la regularidad. 287621

EJEMPLO 3.

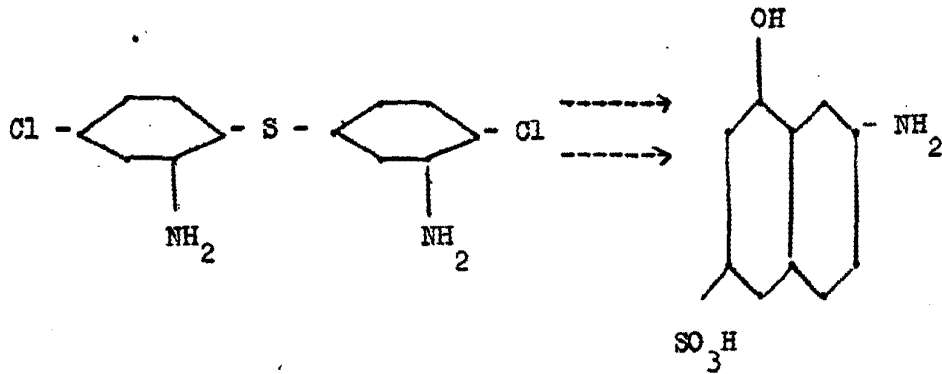
5. Se fulardea a 40° franela de lana con un baño de impregnación que contiene, en lugar del colorante azoico metalizado que se menciona en el primer párrafo del ejemplo 1, el colorante azul brillante polar GAW (I.C. 61.135, azul ácido 127) y que por lo demás está preparado tal como se ha expuesto en el ejemplo 1, párrafo 1, y se la exprime hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente. Luego se vaporiza el género a 102° durante 4 minutos, con ligera sobrepresión. Seguidamente se lava en primer lugar el género con una solución que contiene 1 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol, 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 le vuelve a enjuagar con agua.
- 10.
- 15.

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

Si en lugar del azul brillante polar GAW se emplea el colorante disazoico, copulado en medio ácido, de la fórmula



287621

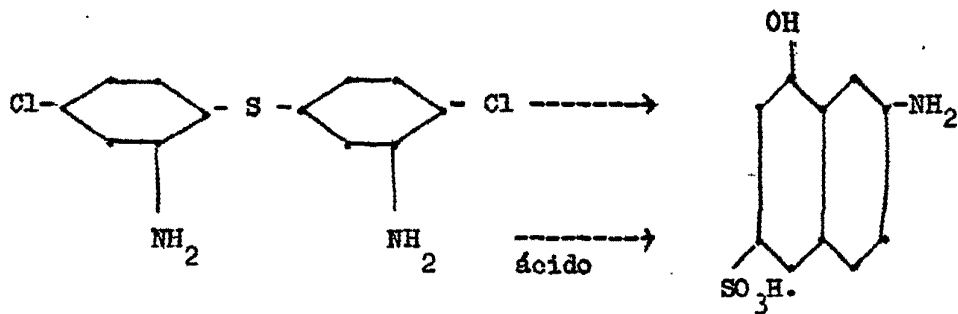


o el colorante amarillo Neolan 8 CE (I.C. Amarillo ácido 101), que contiene cromo en la proporción de 1 de Cr : 1 de colorante, y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo, se obtiene material rojo o respectivamente amarillo, penetrado por el tinte igualmente bien y con la misma uniformidad.

5.

E J E M P L O 4.

Se disuelven 40 partes del colorante disazoico





287621

- en una mezcla, calentada a 60° , de 300 partes de una solución acuosa de alginato sódico al 2,5% y 30 partes de una mezcla de 1 parte de sal bis-(beta-hidroxietil)-amínica de ácido graso de aceite de coco y 1 parte del producto de condensación a base de 1 mol de alcohol dodecílico y 10 moles de óxido de etileno en 250 partes de agua, la solución obtenida se diluye con agua caliente hasta mil partes. La temperatura ha de ser de 60° .
5. Con este baño, ajustado a pH de 6,5 por medio de ácido acético, se impregna lana peinada a 60° ; luego se exprime está hasta un contenido de líquido de 100% aproximadamente y se la vaporiza a 98° durante 30 minutos. A continuación se enjuaga la lana peinada con una solución acuosa, calentada 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 e continuación con una solución acuosa, calentada a 30° , de 0,2 cc/litro de ácido fórmico al 85%; por último se la vuelve a enjuagar con agua a 30° . Se obtiene una lana peinada teñida uniformemente de rojo, que se puede peinar e hilar bien.
- 10.
- 15.
- 20.

E J E M P L O 5.

- Se disuelven 80 partes de negro Eriochrom A (I.C. 15710) en una mezcla, calentada a 60° , de 300 partes de una solución de alginato sódico al 2,5% y 30 partes de una mezcla de 1 parte de sal N-metil-n-(beta-hidroxietil)-amínica de ácido graso de aceite de coco y 1 parte del producto de condensación a base de 1 mol de ácidos grasos de
- 25.

287521



63
- 2 MAY. 1963

aceite de coco y 5 moles de óxido de etileno, así como 10 partes de cromato potásico en 250 partes de agua caliente. La solución obtenida se diluye con agua hasta 1000 partes. La temperatura ha de ser de 40 a 80°.

5. Con este baño se impregna lana peinada a 40-60°, se la exprime hasta un contenido de líquido de 100 a 110% aproximadamente y se la vaporiza con vapor saturado, a 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 otra vez con agua a unos 30° y se la acidifica en un nuevo baño con una solución acuosa calentada 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 uniformemente de negro, que se deja peinar e hilar bien.

EJEMPLO 6.

- Se disuelven 45 partes de rojo Eriochrom B (I.C. 18.760),
20. 27,5 partes de rojo brillante Eriochrom BL (I.C. 17.995) y
- 0,9 partes de azul Eriochrom SE (I.C. 16.680)
25. en una mezcla, calentada a 60°, de 300 partes de una solución acuosa de alginato sódico al 2,5% y 30 partes de una mezcla de 1 parte de sal N-metil-N-beta-hidroxietil)amínica de ácidos grasos de aceite de coco y 1 parte del



- 2 MAY.

287021

producto de condensación a base de 1 mol de alcohol tetradecílico y 7 moles de óxido de etileno, así como 10 partes de cromato sódico en 250 partes de agua caliente. La solución obtenida se diluye con agua caliente hasta 1000 partes. La temperatura ha de ser de 60°.

5.

Con este baño se impregna lana peinada a 60°, se la exprime hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente y se la vaporiza con vapor saturado a 98°, durante 30 minutos. Luego se enjuaga la lana peinada con una solución acuosa, calentada a 50°, de 0,5 g/litro de un producto de condensación según la patente norteamericana

10.

2.089.212, se la enjuaga con agua a unos 30° y a continuación se la trata con una solución acuosa, calentada a unos 70°, de 5 cc/litro de ácido fórmico al 85%; por último, se la vuelve a enjuagar con agua a 30°.

15.

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

Si en este ejemplo se emplea, en lugar de los colorantes indicados, una mezcla de:

20.

28 g/litro de cianina Eriochrom (I.C. 42.571) y

0,9 g/litro de azul Eriochrom SE (I.C. 16.680)

y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo, se obtiene una lana peinada coloreada correspondientemente de azul y de tinte igualmente bueno, tanto en la superficie como en penetración.

25.



287621

EJEMPLO 7.

Con un baño de impregnación preparado según el ejemplo 1, párrafo 1, se impregna sarga de seda a 40°. Luego se exprime ésta hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente y se la introduce en un baño acuoso, calentado a 98°, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85%; en este baño se la deja durante 5 minutos.

5.

La sarga de seda así teñida se lava luego con una solución acuosa, calentada a 45°, de 0,5 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol y a continuación se la enjuaga con agua fría.

10.

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

15.

Se obtienen tinturas amarillas correspondientes sobre sarga de seda, con igual buena penetración del tinte en el material e igualdad de las tinturas, si en lugar del colorante mencionado en el ejemplo se emplea el colorante amarillo Neolan 8 GE (I.C. Amarillo ácido IOL) y se procede en los demás tal como está indicado en el ejemplo.

20.

EJEMPLO 8.

En una mezcla, calentada a 80° y que contiene 300 partes de una solución acuosa de alginato sódico al 2,5% y 10 partes de una mezcla a base de 1 parte de sal N-metil-N-(beta-hidroxietil)-amínica de ácidos grasos de aceite de coco y 1 parte del producto de condensación de 1 mol

25.



7821

de alcohol dodecílico y 7 moles de óxido de etileno, así como 290 partes de agua, se disuelven 37,5 partes del colorante monoazoico cromado:

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

14,0 partes del colorantes monoazoico cromado:

2-aminofenol-4-sulfonmetilamida-----> 1-carboetoxi-amino-
7-hidroxinaftalina(colorante: cromo= 2:1.)

10. y la solución obtenida se diluye con agua fría hasta 1000 partes. 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% aproximadamente del peso de fibra, se vaporiza durante 8 minutos a temperatura de 130° y después se enjuaga con agua caliente y a continuación con agua fría.
15.

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

E J E M P L O 9.

20. Con un baño de impregnación preparado según el ejemplo 8, párrafo 1, pero que contiene solamente 2/3 de la cantidad de colorante indicada en dicho ejemplo, se impregna tela de nilón a 40°. Luego se exprime ésta hasta un contenido de líquido del 50% aproximadamente del peso de la fibra,
25. se la introduce en un baño acuoso, calentado a 98°, que contiene 4 cc/litro de ácido fórmico al 85% y se trata el tejido en este baño durante 4 minutos. Seguidamente se enjuaga



237021

la tela de nilón así teñida con agua caliente y agua fría, y queda una tintura olivácea buena y uniforme.

E J E M P L O 10.

5. Se impregna a 40° una tela de poli-epsilón-amino-caprolactamo (PERLON, Unión de la Marca Perlon, Sociedad Registrada, Frankfurt a.M., Alemania), en un baño de impregnación preparado según el ejemplo 9. Luego se la exprime hasta un contenido de líquido del 50% aproximadamente del peso de fibra y se la seca en condiciones de termofijación, a 190°, durante 45 segundos.

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

15. Se obtiene una tela de perlón teñido de color oliváceo, con penetración uniforme del tinte.

E J E M P L O 11.

20. Se disuelven 2,5 partes del colorante monoazoico cobaltado:
2-amino-4-nitro-fenol-----> 1-fenil-3-metil-pirazolona (colorante: cobalto= 2:1)

y 0,5 partes del colorante monoazoico cromado:
2-amino-4-nitro-fenol-----> 1-fenil-3-metil-pirazolona (colorante:cromo=2:1.)

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



287021

mezcla de: 1 parte de sal N-metil-N-(beta-hidroxi-etil)-amínica de ácidos grasos de aceite de coco y 1 parte del producto de condensación de 1 mol de alcohol dodecílico y 5 moles de óxido de etileno. La solución obtenida se diluye con

5. tantas partes de agua fría que se obtengan 1000 volúmenes. Con este baño, ajustado a pH de 6,5 por adición de ácido acético, se impregna a 40° lana peinada; luego se exprime ésta hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente, en relación al material de fibra, y a continuación se la vaporiza durante 15 minutos, a 98-100° con vapor saturado.

15. Seguidamente se lava el género en primer lugar con una solución que contiene 1 g/litro de éster poliglicólico de nonilfenol y 1 cc/litro de solución concentrada de amoníaco, se enjuaga con agua y luego se lava con una solución acuosa que contiene 2 cc/litro de ácido fórmico al 85%; eventualmente se la vuelve a enjuagar con agua.

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

E J E M P L O 12.

25. Con una solución preparada como se ha expuesto en el ejemplo 1, párrafo 1, y que contiene, en lugar de 300 partes, 500 partes de solución de alginato sódico y, en lugar del colorante allí indicado, 40 partes del



colorante monoazóico cromado: 287621

2-aminofenol-4-sulfon-etilamida-----> 1-acetilamino-7-hidroxi-naftalina(colorante:cromo=2:1),

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

El tratamiento final, por vaporización y enjuague, del gñero estampado se efectúa tal como se ha indicado en el ejemplo 1.

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

EJEMPLO 13.

15. Se disuelven 40 partes del colorante monoazóico cromado:

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

20. en una mezcla, calentada a 60°, de 300 partes de una solución acuosa de alginato sódico al 2,5%, 15 partes de sal N-metil-N(beta-hidroxi-etil)-amínica de ácido graso de aceite de coco, 15 partes del producto de condensación de 1 mol de alcohol tetradecílico y 6 moles de óxido de etileno, así como 15 partes de N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-amida 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 60°.

Con este baño se impregna franela de lana a



287621

- 60°, que luego se exprime hasta un contenido de líquido del 80%. El tejido fulardeado se introduce en un baño acuoso, calentado a 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, calentada a 45°, de 0,5 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol 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).
- 5.
- 10.

Si en este ejemplo se emplea, en lugar del colorante mencionado, el colorante monoazoico cobaltado:
2-amino-4-clorofenol-----> 2-hidroxinaftalin-6-sulfómetilamida(colorante:cobalto=2:1)

15. o el colorante monoazóico cromado:
2-amino-4-clorofenol-----> 1-hidroxinaftalin-3-sulfonamida(colorante:cromo=2:1)
- y se procede en lo demás tal como se indica en el ejemplo, se obtiene franela de lana correspondiente coloreada de rojo rubí o azul, con la misma buena penetración del tinte y uniformidad de las tinciones.
- 20.

- Se obtienen tinturas igualmente buenas, si, en lugar de la sal N-metil-N-beta-hidroxietil)-amínica indicada en el ejemplo, se emplea la sal metilamínica, la sal morfolínica, la sal tri-(beta-hidroxietil)-amínica, la sal bis-(alfa-metil-beta-hidroxietil)-amínica, la sal sódica o la sal potásica del ácido graso de aceite de coco o la sal beta-hidroxietilamínica del ácido láuri-
- 25.

287621



co, junto, en cada caso, con el producto de condensación mencionado en el ejemplo.

EJEMPLO 14.

- 5- Se fulardea a 60° lana peinada con un baño de impregnación que, en lugar del colorante azoico metalizado mencionado en el párrafo primero del ejemplo 13, contiene el colorante rojo brillante polar B (I.C. 17.995, rojo ácido 133) y que por lo demás está preparado tal como se ha descrito en el ejemplo 13, párrafo 1, y se la exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente, Luego se introduce la lana peinada en un baño acuoso, calentado a 98°, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85%. Se deja la lana peinada en este baño durante 5 minutos.
- 10.
15. A continuación se lava la lana peinada, en una máquina alisadora, con una solución acuosa, calentada a 50°, de 0,5 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol, se la enjuaga con agua a 30°, se la trata en un nuevo baño con una solución acuosa de 1,5 cc/litro de ácido fórmico
20. al 85% y por último se la enjuaga con agua a 30°.
- La lana peinada, así teñida de rojo, muestra buena penetración del tinte y se puede peinar e hilar bien.
25. Si en lugar del rojo brillante polar B se emplean los colorantes mencionados en el ejemplo 3, párrafo 3, se obtiene también lana peinada de color rojo o amarillo, bien teñida y penetrada uniformemente por el tinte.



287621

EJEMPLO 15.

5. Con un baño de impregnación preparado según el ejemplo 6, párrafo 4, se impregna lana peinada a 60°, que luego se exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente. A continuación se introduce el tejido fulardeado en un baño acuoso, calentado a 98°, que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85%. Se deja el tejido 5 minutos en este baño. Luego se lava el género con una solución acuosa, calentada a 45°, de 0,5 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol y a continuación se le enjuaga con agua fría.

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

15. EJEMPLO 16.

20. Se disuelven 40 partes del colorante azul Eriochrom SE (I.C. 16.680) en una mezcla, calentada a 60°, de 300 partes de una solución acuosa de alginato sódico al 2,5%, 15 partes de sal N-metil-N-(beta-hidroxi-etil)-amínica de ácido graso de aceite de coco y 15 partes del producto de condensación de 1 mol de alcohol dodecílico y 5 moles de óxido de etileno, así como 10 partes de cromato potásico en 250 partes de agua. La solución obtenida se completa con agua hasta 1000 partes y se ajusta a pH de 6 con ácido acético. = La temperatura ha de ser de 60°.

25.



37621

- Con este baño se impregna ~~franela~~ de lana a 60° , que luego se exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente, se introduce el tejido fulardeado en un baño acuoso, calentado a 98° , que contine 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, calentada a 45° , de 0,5 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol y a continuación se la enjuaga con agua fría. Se obtiene así una franela de lana azul, bien penetrada por el tinte, de buena igualdad y sin velo gris (el llamado efecto Sanwich).
- 5.
- 10.

- Si en este ejemplo se emplea, en lugar del colorante mencionado, amarillo Eriochrom G (I.C. 25.100) o rojo Eriochrom G (I.C. 18.750) y se procede en lo demás como está indicado en el ejemplo, se obtiene franela de lana coloreada correspondientemente de amarillo o de rojo, igualmente buena por la penetración del tinte y la uniformidad de la tintura.
- 15.

20. E J E M P L O 17.

- Se impregna y vaporiza franela de lana tal como en el ejemplo 1. El género todavía húmeda se introduce en un baño acuoso, calentado a 98° , que contiene 8 cc/litro de ácido fórmico al 85% y se le deja en este baño durante 5 minutos.
- 25.

La franela de lana así teñida se lava luego en una solución acuosa, calentada a 45° , de 0,5 g/litro de éter poliglicólico de nonilfenol y a continuación se



la enjuaga con agua fría.

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

5. E J E M P L O 18.

10. Se fulardes a 40° franela de lana con un baño de impregnación que, en lugar del colorante azoico metalizado mencionado en el primer párrafo del ejemplo 1, contiene el colorante rojo brillante polar B (I.C. 17.995, rojo ácido 133) y preparado, por lo demás, como se ha descrito en el ejemplo 1, párrafo 1, y se la exprime hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente. Luego se vaporiza el género a 98° c durante 15 minutos. A continuación se lava el género en primer lugar con una solución que contiene 1 g/litro de éter poliglicólico de nonilfeno, 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 le vuelve a enjuagar con agua.

15. Se obtiene una tintura roja sobre lana, uniforme, bien penetrada por el tinte y sin velo azul (el llamado efecto Sandwich).

20. E J E M P L O 19.

25. Se impregna y vaporiza de manera análoga a la del ejemplo 1 un tejido constituido por 45 partes de lana y 55 partes de Terylene (I.C.I. de Manchester, Inglaterra) Se obtiene sobre la porción de lana del tejido una tintura anaranjada, mientras la porción de poliéster queda prácticamente sin teñir.



EJEMPLO 20.

287621

- Se impregna y 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 tintura anaranjada, mientras que la porción de triacetato queda prácticamente sin teñir.
- 5.

= . =

- 2 MAY.



287621

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda suiza núm. 5312/62 del 3 de Mayo de 1.962.

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, con 8 a 14 átomos de carbono, así como éteres poliglicólicos de alcoholes grasos o ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, que presentan 4 a 12 grupos etéreos, y eventualmente otras materias auxiliares, a temperaturas inferiores a la temperatura de fijación de estos colorantes, y se acaba en caliente el género tratado, con enjuague consecutivo.

10. 2. Procedimiento según se ha definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que las sales solubles de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, con 8 a 14 átomos de carbono, y los éteres poliglicólicos de alcoholes grasos o ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, que presentan 4 a 12 grupos etéreos, se



287521

emplean en la relación ponderal mútua de 1:1 aproximadamente.

5. 3. Procedimiento según se define en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo de éteres poliglicólicos de alcoholes grasos o ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, que presentan 5 a 10 grupos etéreos.
10. 4. Procedimiento según se define en las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el empleo de colorantes ácidos para lana, metalizables, y de sales solubles de ácido crómico, como ulteriores materias auxiliares.
15. 5. Procedimiento según se define en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que se introduce el género impregnado, y eventualmente empezado a secar, en un baño de ácido caliente y luego se le enjuaga.
20. 6. Procedimiento según se define en las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que el género impregnado y eventualmente almacenado se vaporiza y luego se enjuaga.
7. Procedimiento según 1 a 6 en el que el baño de impregnación apropiado para teñir fibras de poliamida por impregnación de éstas a temperaturas inferiores a la temperatura de fijación del colorante para lana presente, con acabado de la tintura en caliente, está caracterizado por el hecho de que, además de un colorante ácido para lana,



por lo menos, y eventualmente otras materias auxiliares, presenta como transmisor fundamental del color una cantidad eficaz de sales solubles de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, con 8 a 14 átomos de carbono, así como éteres poliglicólicos de alcoholes grasos o ácidos grasos con

5. poliglicólicos de alcoholes grasos o ácidos grasos con 8 a 14 átomos de carbono, que presentan 4 a 12 grupos etéreos.

8. Procedimiento según se define en la reivindicación 7, caracterizado por contener sales solubles de ácidos algínicos como espesante.

10.

9. Procedimiento para teñir fibras de poliamida.

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

15. Madrid, a 2 de mayo de 1.963.

J.R. GEIGY A.G.

p. a.

JUAN SEBASTIÁN MIRALLES