



PATENTE DE INVENCION

Ref: I.C.I. Case No.D.16642/16968.

297351

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para teñir materiales textiles de lana".

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento para teñir, y más especialmente, se relaciona a un procedimiento de tinción de materiales textiles de lana.

De acuerdo con este invento, se proporciona un

5. procedimiento para teñir materiales textiles de lana,



297351

que comprende el teñir estos partiendo de una solución acuosa que contiene un tinte para lana, como a continuación se define, un compuesto de amonio cuaternario, hexa metileno tetramina y un condensado de óxido de etileno con un alcohol, una amina o un fenol.

5.

El procedimiento de este invento puede aplicarse sumergiendo los materiales textiles de lana en un baño de tinción constituido por una solución acuosa de uno o más tintes, un compuesto de amonio cuaternario, hexa-

10.

metileno tetramina y un condensado de óxido de etileno con un alcohol, una amina o un fenol, calentando el baño de tinción durante un período a una temperatura adecuada comprendida entre 80 y 110°C, si es preciso a una presión superatmosférica, y retirando a continuación

15.

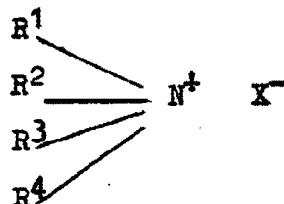
del baño de tinción los materiales textiles de lana teñidos. Si se desea, los materiales textiles teñidos pueden aclararse en agua antes de secarse pero, en general esto no es esencial ya que mediante el tratamiento de aclarado, se separa muy poco tinte, o ninguno de los

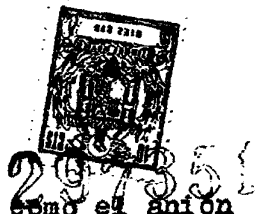
20.

materiales citados.

Los compuestos de amonio cuaternario, utilizados en el procedimiento de este invento, pueden ser incoloros o prácticamente sin color y contener un átomo de nitrógeno cuaternario, aunque preferentemente, son compuestos de amonio cuaternario, representados por la fórmula.

25.





- en la que X^- representa un anión, tal como el anión sulfato, y con preferencia el anión de un haluro de hidrógeno, y X^- representa especialmente Cl^- o Br^- ; R^1 representa un radical alquilo que contenga como mínimo 10 átomos de carbono y preferentemente de 10 a 20 átomos de carbono; y R^2 , R^3 y R^4 representan cada uno, independientemente, un radical alquilo, en especial un radical alquilo inferior de 1 a 5 átomos de carbono, o R^2 , R^3 y R^4 juntos, forman con el átomo de nitrógeno cuaternario N^+ un anillo heterocíclico de 5 o 6 elementos, que contengan hidrógeno, tal como un anillo piridínico.

5. Como ejemplos de los radicales alquilo representados por R^1 pueden citarse los radicales decilo, undecilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, pentadecilo, hexadecilo (cetilo), octadecilo y eicosilo y como ejemplos de radicales alquilo inferiores representados por R^2 , R^3 y R^4 pueden mencionarse los radicales metilo, etilo, propilo, butilo y amilo.

10. Como ejemplos específicos de estos compuestos de amonio cuaternario pueden citarse: bromuro de cetil trimetilamonio, bromuro de cetil piridinio, bromuro de tetradecil piridinio, cloruro de cetil trimetilamonio, bromuro de cetil dimetil-etilamonio, cloruro de decil piridinio, cloruro de eicosil piridinio, bromuro de cetil trietilamonio, bromuro de dodecil piridinio, cloruro de estearil trimetilamonio, bromuro de cetil tri-n-propilamonio, cloruro de cetil tri-iso-propilamonio, cloruro de cetil tri-n-butilamonio, cloruro de cetil tri-n-amilamonio y sulfato de cetil piridinio.

20.
25.
30.



207351

La proporción de compuesto de amonio cuaternario empleada en el procedimiento de este invento, habrá de estar comprendida entre 0,01% y 0,2% y, con preferencia, entre 0,02% y 0,1%, sobre la base ^{del peso} de los

5. materiales textiles de lana. Si se desea, en el procedimiento de este invento, pueden usarse mezclas de dos o más compuestos de amonio cuaternario.

La proporción de hexametenotetramina utilizada en el procedimiento a que este invento se refiere, habrá de estar comprendida entre 0,05% y 1%, y con preferencia, entre 0,1% y 0,2% sobre la base del peso de los materiales textiles de lana.

10.

Los condensados de óxido de etileno con un alcohol, una amina o un fenol que se emplean en el procedimiento de este invento, son los condensados de, como mínimo una proporción molecular y, con preferencia entre 5 y 30 proporciones moleculares, de óxido de etileno con una proporción molecular de un alcohol, una amina o un fenol.

15.

Los alcoholes que se condensan con el óxido de etileno son, con preferencia, alcoholes grasos, saturado o no, que contienen de 10 a 20 átomos de carbono, y como ejemplos específicos de los mismos pueden citarse los alcoholes dedecílico, oleílico, decílico, undecílico, tetradecílico (miristílico), hexadecílico (cetílico) y n-eicosílico.

20.

25.

Los fenoles que se condensan con el óxido de etileno son con preferencia el verdadero fenol o derivados alquílicos del mismo, en especial fenol substituido por uno o más radicales alquílicos, especialmente radicales

30.



297351

alquílicos que contengan de 1 a 10 átomos de carbono. Como ejemplos específicos de dichos fenoles pueden citarse: fenol, o-, m- o p-cresol, octilfenol, butilfenol terciario, octil-cresol, hexilfenol y decilfenol.

5. Las aminas que se condensan con el óxido de etileno son, con preferencia, aminas alifáticas primarias, en especial alquilaminas primarias, en las que el radical alquílico contiene preferentemente de 6 a 20 átomos de carbono. Como ejemplos específicos de estas aminas,

10. pueden mencionarse: n-hexilamina, n-octilamina, n-dodecilamina, n-decilamina, n-tetradecilamina, n-hexadecilamina y n-eicosilamina.

15. Como ejemplos específicos de los condensados de óxido de etileno con un alcohol, una amina o un fenol que pueden utilizarse en el procedimiento de este invento, pueden mencionarse los condensados de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de alcohol cetílico; de 17 proporciones moleculares de óxido de etileno, con una proporción molecular de alcohol cetílico; de 20 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de dodecil alcohol; de 8 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de octil cresol; de 20 proporciones moleculares de óxido de etileno con 1 proporción molecular de dodecilamina; de 18 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de alcohol miristílico, o alcohol n-eicosílico; de 25 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de alcohol decílico, y de 14 proporciones moleculares de óxido de

20. de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de alcohol cetílico; de 17 proporciones moleculares de óxido de etileno, con una proporción molecular de alcohol cetílico; de 20 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de dodecil alcohol; de 8 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de octil cresol; de 20 proporciones moleculares de óxido de etileno con 1 proporción molecular de dodecilamina; de 18 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de alcohol miristílico, o alcohol n-eicosílico; de 25 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de alcohol decílico, y de 14 proporciones moleculares de óxido de

25.

30.



etileno con una proporción molecular de n-hexilamina o n-octilamina.

5. La proporción del condensado de óxido de etileno con un alcohol, una amina o un fenol, empleada en el procedimiento de este invento, ha de ser entre 0,1% y 1% y, con preferencia, entre 0,5% y 1%, sobre la base del peso de la lana. Si se desea, en el procedimiento de este invento ^{usarse} pueden/mezclas de 2 o más de dichos condensados.
10. Si se desea, los baños de tinción ^{contener} pueden/también substancias corrientemente empleadas en el teñido de materiales textiles de lana. Como ejemplos de estas substancias, pueden mencionarse: ácidos minerales tales como los ácidos sulfúricos y fosfórico; ácidos orgánicos, tales como los ácidos fórmico o acético, o sales de los mismos tales como fosfato monosódico, fosfato disódico, acetato amónico, sulfato amónico o sulfato sódico. Pueden estar presentes también mezclas de las sales y ácidos anteriores, tales como una mezcla
15. de ácido acético y acetato sódico.
20. Se prefiere sin embargo que los baños de tinción empleados en el procedimiento de este invento, contengan un ácido o una sal ácida, de tal modo que el pH inicial del baño de tinción sea inferior a 7 y, con preferencia, de 4 a 7.
25. Los tintes usados en el procedimiento de este invento, pueden ser cualesquiera de los corrientemente usados para el teñido de materiales textiles de lana, por ejemplo los tintes descritos en el capítulo "Tintes Acidos" de la segunda edición del Índice de Colores
- 30.



7351

conjuntamente publicados en 1962 por la Sociedad de Tintoreros y Coloristas y por la Asociación Americana de Químicos y Coloristas Textiles.

- Otra clase de tintes susceptibles de usarse en el procedimiento de este invento, son los complejos metálicos, en especial los complejos de cromo o cobalto de tintes azoicos, que pueden ser los complejos de un átomo de metal con una proporción molecular de un tinte azoico, y, más especialmente, los complejos de un átomo de metal con dos proporciones moleculares de un tinte azoico. Dichos complejos metálicos, pueden estar libres de grupos ácido sulfónico o ácido carboxílico, o pueden contener uno o más de estos grupos. Una clase preferida de este tipo de tintes son los complejos de 1:2-cromo que contienen un átomo de cromo ligado con unión compleja a dos moléculas de tintes orto:orto'-dihidroxi azoicos u orto-carboxi.orto'-hidroxiazoicos distintos y uno de los cuales contiene un grupo ácido sulfónico único. Se describen ejemplos específicos de tintes azoicos metalizados susceptibles de utilizarse en el procedimiento de este invento, en las Memorias de las Patentes británicas No. 765,355; 771,320; 781,286; 839,931; 852,262; 882,531; 891,884; 902,776; 903,662; 924,452; y 925,997.
5. Como variante, pueden usarse tintes reactivos que contengan, como mínimo, un átomo halógeno reactivo o un grupo reactivo, o sea tintes que contengan un átomo halógeno o un grupo susceptible de reaccionar con el material textil de lana, de tal modo que el tinte se acopla a la lana por la formación de un enla-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



735

- ce químico covalente. Los tintes citados pueden ser elementos de cualquiera de las series de tintes conocidos, y más especialmente son tintes de las series azoica, antraquinónica, nitro o ftalocianina, y dichos tintes, con preferencia, contienen uno o más grupos de hidrosolubilización tales como alquilsulfona, sulfonamida, ácido carboxílico o, con preferencia, ácido sulfónico. Si se desea los tintes, en especial los de las series azoica o de la ftalocianina, pueden con-
5. tener átomos metálicos coordinadamente enlazados, tales como átomos de cobre, cromo o cobalto coordinadamente enlazados. Los ejemplos de clases de dichos tintes reactivos incluyen tintes que contengan, como mínimo, un grupo 4:6-dihalógeno-1:3:5-triacinil-2-ilamino; tintes que contengan, como mínimo, un grupo 4-halógeno-1:3:5-triacin-2-ilamino, en los que el átomo de carbono de la posición 6 del anillo triacínico puede substituirse, por ejemplo, por un radical alquilo inferior, un radical alcoxi inferior, un grupo hidroxilo, un grupo mercapto, un grupo mercapto substituido, un grupo ácido sulfónico, un grupo tiociano, un grupo amonio cuaternario, o un grupo amino o amino substituido;
10. tintes que contengan como mínimo un grupo mono-, di- o trihalógeno pirimidilamino; tintes que contengan, por lo menos, un grupo halogenoalquil sulfamilo en especial un grupo β -halógeno etilsulfamilo, o por lo menos un grupo γ -halógeno- β -hidroxipropilsulfamilo;
15. tintes que contengan por lo menos un grupo β -cloro-etilsulfonilo, γ -cloro- o γ -hidroxio- α : β -propenilsulfonilo o vinilsulfona; tintes que contengan por lo me-
20. tintes que contengan como mínimo un grupo mono-, di- o trihalógeno pirimidilamino; tintes que contengan, por lo menos, un grupo halogenoalquil sulfamilo en especial un grupo β -halógeno etilsulfamilo, o por lo menos un grupo γ -halógeno- β -hidroxipropilsulfamilo;
25. tintes que contengan por lo menos un grupo β -cloro-etilsulfonilo, γ -cloro- o γ -hidroxio- α : β -propenilsulfonilo o vinilsulfona; tintes que contengan por lo me-
30. tintes que contengan como mínimo un grupo mono-, di- o trihalógeno pirimidilamino; tintes que contengan, por lo menos, un grupo halogenoalquil sulfamilo en especial un grupo β -halógeno etilsulfamilo, o por lo menos un grupo γ -halógeno- β -hidroxipropilsulfamilo;



5. nos un grupo acrilamino o halógenoacrilamino; tintes que contengan por lo menos un grupo halógenoacilamino tal como halógenoacetilamino, o β -halogenopropionilamino; y tintes que contengan por lo menos un grupo β -(alquil o aril) sulfoniloxi-etilsulfona, o β -aciloxi-etilsulfonilo.

10. En las clases anteriores, halógeno indica bromo y con preferencia cloro; alquilo indica con preferencia un alquilo inferior, y arilo indica, con preferencia un radical arilo monocíclico. La denominación "alquilo inferior" se utiliza para indicar un radical alquilo de peso molecular reducido, en especial un radical alquilo que contenga de 1 a 6 átomos de carbono.

15. Se describen ejemplos específicos de estos tintes reactivos, por ejemplo en las Memorias de las Patentes británicas No. 772,030; 774,925; 785,120; 781,930; 785,222; 787,986; 803,473; 805,562; 821,963; 822,047; 826,689; 829,042; 830,246; 830,847; 838,311; 838,340; a 838,345; 838,728; 847,765; 847,765; 846,949; 847,142; 852,604; 20. 852,911; 854,432; 854,962; 868,285; 876,718; 878,527; 885,059; 885,547; 891,601; 899,714; 902,020; 906,806; 910,222; 939,247; 939,859, y 947,647.

25. Una clase preferida de tintes reactivos para usarse en el procedimiento de este invento, son los tintes que contienen por lo menos un grupo acriloilamino; en especial tintes azoicos no metalizados que contienen, como mínimo, un grupo acriloilamino y, por lo menos, un grupo ácido sulfónico, complejos de azo-compuestos 1:2-cromo o 1:2-cobalto, libres de grupos ácidos sulfónico y que contienen como mínimo 1, y con 30.



297351

preferencia 2, grupos acriloilamino, y complejos de 1:2-cromo de 2 distintos compuestos monoazoicos que juntos contienen un solo grupo ácido sulfónico y por lo menos uno, y con preferencia solamente un grupo acriloilamino.

5.

Como ejemplo de materiales textiles de lana que pueden teñirse con el procedimiento de este invento, pueden citarse lana, cinta de lana peinada un poco torcida y hilo o hilaza de lana (en forma de madejas o de queso) y generos en pieza (tejodos o de punto).

10.

Aunque algunos de los tintes de las clases anteriores pueden aplicarse satisfactoriamente a materiales textiles de lana, muchos de los tintes, especialmente los que contienen una serie de grupos ácido sulfónico y, en especial, tintes azoicos previamente metalizados que contengan uno o más grupos ácido sulfónico, dan origen a tinciones en materiales textiles de lana que adolecen del defecto de exhibir la falta de uniformidad de fibra a fibra que comunmente se denomina "skitteriness".

15.

Aunque este defecto puede anularse realizando el teñido en presencia de mezclas de compuestos de amonio cuaternario, y condensados de óxido de etileno con aminas, alcoholes o fenoles, el empleo de dichos compuestos en el baño de tinción da a menudo por resultado la formación en el baño de teñido o en los materiales textiles de lana, de complejos insolubles en agua, de los tintes con los mencionados compuestos, de tal modo que las tinciones resultantes, (aunque no presentan el defecto citado) son deficientes en cuanto a la resistencia a los tratamientos en

20.

25.

30.



297351

húmedo. Este ulterior inconveniente se vence sin embargo añadiendo también al baño hexametenotetramina de tal modo que por el procedimiento de este invento, los materiales textiles de lana se tiñen en tonalidades uniformes que poseen excelentes resistencia para la luz, para los tratamientos en húmedo tales como el lavado, el enfurtido, el decatizado en húmedo, el teñido con "ácidos combinados" así como al agua y al agua de mar. Los teñidos así obtenidos están exentos de la falta de uniformidad de fibra a fibra defecto conocido como antes se dice.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

Este invento se aclara, sin limitarse, por medio de los Ejemplos siguientes en los que las partes y porcentajes son ponderales.

EJEMPLO 1 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana, en un baño de tinción que contiene una solución de 1 parte del complejo mezclado de 1:2-cobre, de proporciones equimoleculares de 1-(2'-hidroxi-4'-nitrofen-ilazo)-2-naftol y ácido 2-acriloilamino-6-(2'-hidroxi-4'-nitrofenilazo)-5-naftol-7-sulfónico, 0,5 parte del producto de condensación de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y una proporción molecular de alcohol cetílico, 0,5 parte de bromuro decetil trimetilamonio, 0,1 parte de hexametileno tetramina y 1,1 parte de ácido acético, en 5.000 partes de agua. La temperatura del baño de tinción se eleva a continuación a 100°C y el teñido se realiza durante 1 hora a 100°C. La cinta de lana teñida se retira a continuación del baño de tinción, se enjuaga con agua y se seca. La cinta poco torcida se



297351

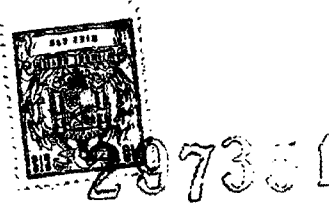
tiñe así en tono gris de excelente resistencia a los tratamientos en húmedo, y el producto teñido está exento de la falta de uniformidad de fibra a fibra comúnmente denominado como antes se indica.

5. EJEMPLO 2 - En lugar de las 0,5 parte de bromuro de cetil trimetilamonio utilizado en el Ejemplo 1, se utiliza 0,5 parte de bromuro de cetil piridinio, obteniéndose un resultado análogo.

10. EJEMPLO 3 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana, en un baño de tinción que contiene una solución de 1 parte del complejo 1:2 cromo mezclado, de proporciones equimoleculares de 1-fenil-3-metil-4-(2'-hidroxi-5'-nitrofenilazo)-5-pirazolona y ácido 2-acriloilamino-7-(2'-hidroxi-5'-clorofenilazo)-8-naftol-6-sulfónico, 0,5 parte del producto de condensación de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y 1 proporción molecular de alcohol cetílico, 0,1 parte de bromuro de cetil trimetilamonio, 1 parte de hexametileno tetramina y 3 partes de acetato amónico en 5.000 partes de agua, y el teñido se realiza a continuación durante 1 hora a 100°C. La cinta poco torcida de lana se retira a continuación del baño de teñido, se enjuaga a continuación con agua y se seca.

25. La cinta poco torcida de lana se tiñe de este modo en color castaño oscuro de excelente resistencia a los tratamientos en húmedo, y el género teñido está libre del defecto mencionado.

30. EJEMPLO 4 - En lugar de la 0,1 parte de bromuro de cetil trimetilamonio utilizado en el



Ejemplo 3 se emplea 0,1 parte de bromuro de tetradecil piridinio, obteniéndose un resultado análogo.

EJEMPLO 5 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana en un baño de tinción que

5. contiene una solución de 0,5 parte del complejo mezclado de 1:2-cromo, de proporciones equimoleculares de 1-(1'-hidroxi-4'-sulfo-6'-nitronaft-2'-hilazo)-2-naftol y 1-fenil-3-metil-4-(5'-nitro-2'-hidroxifenilazo)-5-pirazolona, 0,5 parte del producto de condensación
10. de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y una proporción molecular de alcohol cetílico, 0,05 parte de bromuro de cetil trimetilemonio, 0,1 parte de hexametileno tetramina y 1 parte de ácido acético en
15. 5.000 partes de agua. La temperatura del baño de tinción se eleva a continuación a 100°C y el teñido se realiza durante 1 hora a 100°C. La cinta poco torcida de lana, teñida, se retira del baño de tinción, se aclara con agua y se seca. La cinta poco torcida de lana queda teñida en marrón oscuro y tiene excelentes
20. resistencia a los tratamientos en húmedo y carece de la falta de uniformidad de fibra a fibra hallándose libre del defecto antes indicado.

EJEMPLO 6 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana en un baño de tinción que

25. contiene una solución de una parte de la sal trisódica del ácido 1-(4':6'-dicloro-1':3':5'-triacin-2'-ilamino)-7-(o-sulfofenilazo)-8-naftol-3:6-disulfónico, una parte del producto de condensación de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y una proporción molecular de alcohol cetílico, 0,1 parte de bromuro de
- 30.



7351

cetil trimetilamonio, 0,2 parte de hexametileno tetra-
mina, y una parte de ácido acético en 5000 partes de
agua, y el teñido se realiza durante 1 hora a 100°C.
La cinta poco torcida de lana, teñida, se retira del
baño de tinción, se aclara con agua y se seca.

5.

La cinta poco torcida de lana queda teñida en
tono rojo y posee excelentes propiedades de resisten-
cia a los tratamientos en húmedo, y el material teñi-
do carece del defecto antes citado.

10.

EJEMPLO 7 - En lugar de la 0,5 parte del tinte usado
en el Ejemplo 5, se utilizan 1 parte de
la sal sódica del ácido 1-(4'-acriloilamino-2'-(N-etil-
N-fenilsulfamil) fenilazo)-2-amino-8-naftol-6-sulfóni-
co, por cuyo medio se obtiene un teñido en rojo unifor-

15.

me de excelente resistencia a los tratamientos en hú-
medo.

EJEMPLO 8 - En lugar de la 0,5 parte del tinte usado
en el Ejemplo 5 se utiliza 0,5 parte de la
sal disódica de ácido 1-(4'-(2"-sulfo-4"-nitroanilino)
fenilazo)-4-(3"-metil-4"- (p-tolueno-sulfoniloxi)feni-
lazo)-naftaleno-6- o 7-sulfónico, por cuyo medio se
obtiene un teñido uniforme rojo anaranjado.

20.

EJEMPLO 9 - En lugar de la 1 parte del tinte usado en
el Ejemplo 6, se utiliza 1 parte de la sal
trisódica del ácido 1-(4'-anilino-5-sulfonaft-1'-ila-
zo)-8-naftol-3:6-disulfónico, obteniéndose un tejido
azul rojizo uniforme.

25.

EJEMPLO 10 - En lugar de la 0,5 parte del producto de
condensación de 22 proporciones molecula-
res de óxido de etileno con una proporción molecular

30.



297351

- de alcohol cetílico que se emplea en el Ejemplo 5, se usa 0,5 parte del producto de condensación de 20 proporciones moleculares de óxido de etileno con 1 proporción molecular de dodecilamina o 0,5 parte del producto de condensación de 8 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de octil cresol, obteniéndose resultados análogos.
5. EJEMPLO 11 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana en un baño de tinción que
10. contiene una solución de 1 parte del complejo mezclado de 1:2 cromo, de proporciones equimoleculares de 1-(2'-hidroxi-4'-nitrofenilazo)-2-naftol y ácido 2-acriloilamino-6-(2'-hidroxi-4'-nitrofenilazo)-5-naftol-7-sulfónico
15. 0,5 parte del producto de condensación de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y una proporción molecular de alcohol cetílico, 0,05 parte de bromuro de cetil trimetilamonio, 0,1 parte de hexametenotetramina 1,1 parte de ácido acético en 5000 partes de agua. La temperatura del baño de tinción se eleva a continuación a 100°C y el teñido se realiza durante 1 hora a 100°C. La cinta poco torcida de lana se separa a continuación del baño de teñido se aclara con agua y se seca. La cinta poco torcida de lana queda teñida en un
20. tono gris de excelente resistencia a los tratamientos en húmedo, y el material teñido esta libre de la falta de uniformidad de fibra a fibra, comunmente denominada como antes se dijo,
- 25.

- EJEMPLO 12 - En lugar de la 0,05 parte de bromuro de cetil trimetilamonio que se usa en el
30. Ejemplo 11, se utilizan 0,05 parte de bromuro de cetil



piridinio, obteniéndose un resultado análogo.

- EJEMPLO 13 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana en un baño de telido que contienen una solución de 1 parte del complejo mezclado de 1:2-cromo de proporciones equimoleculares de 1-fenil-3-metil-4-(2'-hidroxi-5'-nitrofenilazo)-5-pirazolona y ácido 2-acriloilamino-7-(2'-hidroxi-5'-clorofenilazo)-8-naftol-6-sulfónico, 0,5 parte del producto de condensación de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y una proporción molecular de alcohol cetílico, 0,05 parte de bromuro de cetil trimetilamonio, 0,1 parte de hexametileno tetramina y 3 partes de acetato de amonio en 5000 partes de agua, y el teñido se realiza a continuación durante 1 hora a 100°C. La cinta poco torcida de lana, teñida, se retira a continuación del baño, se aclara con agua y se seca. La cinta poco torcida de lana queda teñida en color marrón oscuro de excelentes propiedades para los tratamientos en húmedo, y la parte teñida esta libre del defecto antes citado.
- 5.
- 10.
- 15.
- EJEMPLO 14 - En lugar de la 0,05 parte de bromuro de cetil trimetilamonio que se usa en el Ejemplo 13, se utiliza 0,05 parte de bromuro de tetradecil piridinio, obteniéndose un resultado similar.
- 20.
- EJEMPLO 15 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana en un baño de tinción que contiene una solución de una parte de sal trisódica de ácido 1-amino-4-(4'-(4":6"-dicloro-1":3":5"-triazin-2"-ilamino) anilino)-antraquinona-2:3':5-trisulfónico, 1 parte del producto de condensación de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y una proporción mole-
- 25.
- 30.



297354

cular de alcohol cetílico, 0,1 parte de bromuro de cetil trimetilamonio, 0,2 parte de hexametenotetramina y 1 parte de ácido acético en 5000 partes de agua, y el teñido se realiza a continuación durante 1 hora a 100°C

5. La cinta poco torcida de lana, teñida, se retira del baño de tinción se aclara con agua y se seca.

La cinta poco torcida de lana queda teñida en tono azul de excelentes propiedades de resistencia para los tratamientos en húmedo, y el material está exento del defecto antes citado.

10.

EJEMPLO 16 - En lugar de la 1 parte del tinte azoico previamente metalizado que se utiliza en

el Ejemplo 13, se usa 1 parte del 1:2-cromo complejo de 1-acriloilamino-8-(5'-nitro-2'-hidroxifenilazo)-7-

15.

naftol, o una parte del 1-2-cromo complejo de 1-acriloil-amino-3-(2'-hidroxi-4'-sulfamil-5'-clorofenilazo)-4-

naftol, o una parte del complejo mezclado de 1:2-cromo de proporciones equimoleculares de 1-(5'-cloro-2'-hidroxifenilazo)-2-naftol y ácido 2-(4'-cloro-6'-metoxi-1':3':

20.

5'-triazin-2'-ilamino)-6-(4"-nitro-2"-hidroxifenilazo)-5-naftol-7-sulfonico, por cuyo medio la lana se tiñe en color oliba, azul y gris respectivamente, de excelente resistencia a los tratamientos en húmedo, y los teñidos están libres de la falta de uniformidad de fibra a fibra denominada como antes se dijo.

25.

EJEMPLO 17 - Se sumergen 100 partes de cinta poco torcida de lana en un baño que contiene una

solución de 1 parte de la sal sodica de una mezcla de ácido ftalocianina de cobre di-3-sulfonico y ácido fta-

30.

locianina de cobre tri-3-sulfonico, 0,5 parte del pro-



257351

5. ducto de condensación de 22 proporciones moleculares de óxido de etileno y una proporción molecular de alcohol cetílico, 0,05 parte de bromuro de cetil trimetilamonio, 0,1 parte de hexametileno tetramina y 1,1 partes de ácido acético, en 5000 partes de agua. La temperatura del baño de tinción se eleva a continuación a 100°C y el teñido se realiza a esta temperatura durante 1 hora. La cinta teñida de lana poco torcida, se retira a continuación del baño de tinción, se aclara con agua y se seca.
10. De este modo, la cinta poco torcida de lana se tiñe en un tono azul turquesa, dotado de excelente resistencia a los tratamientos en húmedo, y el teñido está libre de la falta de uniformidad de fibra a fibra denominado como antes de indicó.

15.

NOTA

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a unas Solicitudes de Patentes presentadas en Inglaterra, con fechas 8 de marzo de 1963, nº 9419/63 y 14 de agosto de 1963, nº 32137/63, acogiéndose por lo tanto a los
25. beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR MATERIALES TEXTILES DE LANA"; caracterizándose por lo siguiente:
- 30.

2-735



5. 1ª.- "Procedimiento para teñir materiales textiles de lana", caracterizado por comprender el teñir estos en un baño de tinción que contiene una solución acuosa que comprende un tinte para lana, hexametileno-tetramina, un compuesto de amonio cuaternario y un condensado de óxido de etileno con una amina, un alcohol o un fenol.
10. 2ª.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque el baño de tinción tiene un pH comprendido entre 4 y 7.
15. 3ª.- Procedimiento según reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la solución acuosa contiene entre 0,05% y 1% en peso de hexametileno-tetramina sobre la base del peso de los materiales textiles de lana.
20. 4ª.- Procedimiento según reivindicación 3, caracterizado, porque la solución acuosa contiene entre 0,1% y 0,2% en peso de hexametileno-tetramina.
25. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque, la solución acuosa contiene entre 0,01% y 0,2% en peso de compuesto de amonio cuaternario o, sobre la base del peso de los materiales.
30. 6ª.- Procedimiento según reivindicación 5, caracterizado porque, la solución acuosa contiene entre 0,02% y 0,1% en peso de compuesto de amonio cuaternario.
- 7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque, la solución acuosa contiene entre 0,1% y 1% en peso del condensado citado de óxido de etileno, sobre la base del peso de



los materiales textiles de lana.

8^a.- Procedimiento según reivindicación 7, caracterizado porque la solución acuosa contiene entre 0,5% y 1% en peso del mencionado condensado de óxido de etileno.

5.

9^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el compuesto de amonio cuaternario es de fórmula general



15. en la que X^- representa un anión, X^1 representa un radical alquilo que contenga por lo menos 10 átomos de carbono, y R^2 , R^3 y R^4 independientemente, representan cada uno radicales alquilo, o R^2 , R^3 y R^4 , juntas, forman, con el átomo de nitrógeno un anillo heterocíclico de 5 ó 6 miembros, que contengan nitrógeno.

20. 10^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el condensado citado de óxido de etileno es un condensado de entre 5 y 30 proporciones moleculares de óxido de etileno con una proporción molecular de una amina, un alcohol o un fenol.

25. 11^a.- Procedimiento según reivindicación 10, caracterizado porque la amina es una alquilamina primaria que contiene de 6 a 20 átomos de carbono.

30. 12^a.- Procedimiento según reivindicación 10, caracterizado porque el alcohol es un alcohol graso saturado o insaturado que contiene de 10 a 20 átomos de car-



297351

bono.

13ª.- Procedimiento según reivindicación 10, caracterizado porque el fenol es el verdadero fenol o un fenol alquilado.

5. 14ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque el tinte es un tinte azoico, de antraquinona o de ftalocianina.

10. 15ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque el tinte es un tinte ácido.

16ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque el tinte es un complejo metálico de un tinte azoico.

15. 17ª.- Procedimiento según reivindicación 16, caracterizado porque el tinte es un complejo 1:2-metálico de un tinte azoico.

20. 18ª.- Procedimiento según reivindicación 16 ó 17, caracterizado porque el tinte es un complejo de 1 átomo de cromo con 2 moléculas de tintes distintos orto'-dihidrazoico u orto'-carboxi:orto'-hidroxiazoico, uno de los cuales contiene un solo grupo ácido sulfónico.

25. 19ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 18, caracterizado porque el tinte contiene por lo menos un grupo acrililamino.

20ª.- Procedimiento para teñir materiales textiles de lana, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.



207351

Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

7 MAR. 1964

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACIBO Y MODET
P. P.