

PATENTE DE INVENCION

Le A. 8372-Sp.



Memoria Descriptiva **304796**

sobre:

"Procedimiento para la obtención de teñidos negros
sobre materiales de celulosa".

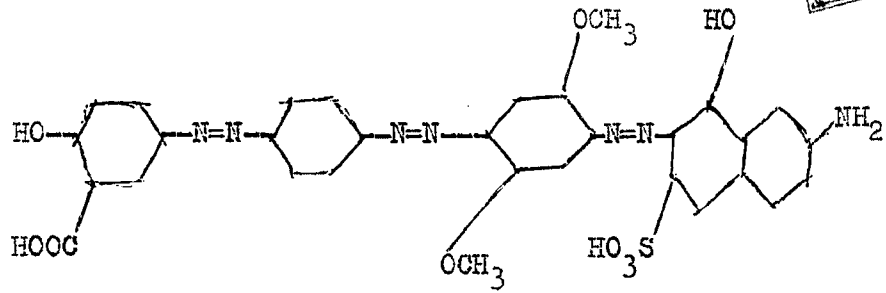
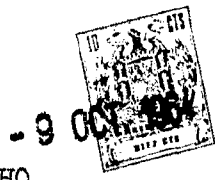
=====

Solicitante:

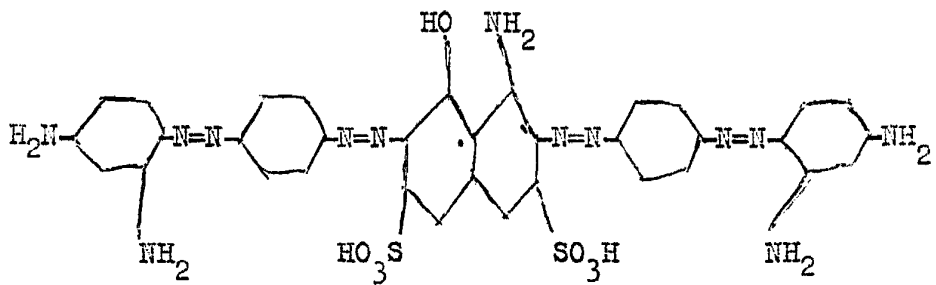
FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk,
Alemania.

=====

Se ha descubierto que se obtienen inten-
sos teñidos negros sólidos sobre materiales de ce-
lulosa si una mezcla de colorantes azoicos de la
composición



y



o sus sales alcalinas, en caso dado en mezcla con otros colorantes tonalizadores, se diazoa sobre la fibra y se reuna con componentes de copulación libres de grupos de ácido sulfónico.

- 5. Los colorantes a emplear de acuerdo con el presente procedimiento son los conocidos colorantes poliazocicos con los cuales se producen sobre materiales de celulosa, especialmente textiles de celulosa nativa o regenerada, unos teñidos negros. Los
- 10. colorantes, si bién satisfacen en sus propiedades de solidez, dan sobre celulosa teñidos destacadamente vacios. Por otra parte se conocen colorantes negros de diazoación para celulosa; los teñidos sin embargo no muestran las propiedades de solidez necesarias. Con la mezcla a emplear según la presente invención se logran tonalidades negras intensas, y es-
- 15.

29 OCT. 1934



to tanto sobre algodón como también sobre celulosa, sin que por ello se reduzca el nivel de solidez de los distintos colorantes.

5. La diazoación de las mezclas a emplear de acuerdo con el presente procedimiento sobre la fibra se efectúa en la forma conocida para los colorantes de diazoación. Para obtener tonalidades negras intensas y llenas se aplican en la práctica entre 5 y 10 % de mezcla de colorante sobre el algodón y sobre la celulosa. Los teñidos sobre la mercancía el rama, en bobina y piezas dan resultados iguales de buenos.

15. El procedimiento se realiza en detalle impregnando la mercancía con la mezcla de los colorantes mencionados, en caso dado bajo adición de colorantes tonalizadores, por ejemplo en el Foulard a temperatura más elevada, preferentemente a una temperatura de 50 hasta 75°C, a continuación se vaporiza, se enjuaga y exprime. El tejido se trata entonces en un baño que contiene la cantidad necesaria de nitrito sódico. Seguidamente continúa otro baño en el que se trata con ácido clorhídrico a temperatura más elevada, efectuándose así la diazoación. A continuación se enjuaga en frío y finalmente se revela en un baño que contiene un componente de copulación disuelto, a temperatura más elevada. Después de volver a enjuagar se enjuaga nuevamente el teñido revelado o se trata ulteriormente con jabón. Las solideces al mojado del teñido se pueden mejorar en forma en si conocida mediante adición de medios auxiliares conoci-
- 20.
- 25.
- 30.

304700

dos, por ejemplo tratamiento ulterior catión-activo, durante el proceso de diazoación o copulación o a continuación de la copulación.

- Según la selección de los componentes de copulación empleados para el revelado se obtienen distintas tonalidades de negro. Revelando por ejemplo en una solución alcalina de 2,4-toluilenodiamina se obtiene un negro tirando a marrón, mientras que un revelado con una solución alcalina de - naftol conduce a un negro tirando más a azul. Otros componentes de copulación adecuados que se pueden emplear en forma de sus sales alcalinas o de las sales con ácidos hidrogénicos son por ejemplo: m-fenilendiamina, α -naftol, 1-fenilo-3-metilo-5-pirazolon, resorcina, m-hidroxiaminobenzol, ácido 2,3-oxinaftoico, N-etilo- β -naftilamina, 4-cloro-1,3-diaminobenzol, fenol, N-etilo- α -naftilamina y éster etílico del ácido 1-fenilo-5-pirazolon-3-carbónico.
- La proporción de mezcla de los colorantes (I) y (II), en caso dado junto con otros colorantes tonalizadores, puede variar entre amplios márgenes, por ejemplo en la zona entre 1:5 hasta 5:1, márgenes preferentes se encuentran en la zona entre 1:2 hasta 2:1.
- Los teñidos negros revelados no se cupri-
zan ulteriormente, Es sorprendente que los teñidos, a pesar de ello, muestran propiedades de solidez igual de buenas que los teñidos con mezclas de los colorantes (I) y (II) que han sido tratados con medios cededores de cobre, poseyendo además, en rela-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

- 304 7909 00



ción con estos últimos, la ventaja de precipitarse sobre celulosa con intensidad de color más profunda. Como colorantes tonalizadores o acompañantes pueden mostrar las mezclas hasta una parte de apro-

- 5. aproximadamente 1 hasta 35 % de colorantes usuales para las mezclas de negro, tal como p,p'-diaminodifenilúrea \rightleftarrows ácido salicílico; ácido 4-aminometilobenzol-2-sulfónico \rightleftarrows 3-amino-1-glicolaminobenzol, fosgenizado; ácido carbónico \rightleftarrows amina α' -naftílica \rightleftarrows ácido de Cleve-1,7 \rightleftarrows ácido I; ácido salicílico \leftleftarrows bencidina \rightleftarrows (o-cloroanilina-5-ácido sulfónico \rightleftarrows resorcina), colorante cuprizado; complejo de cobre del ácido 2-amino-5-sulfobenzoico \rightleftarrows 1-(4'-aminofenilo)-3-metilo-5-pirazolona \rightleftarrows ácido 1-amino-2-etoxinaftalin-6-sulfónico \rightleftarrows fenilo-I-ácido; ácido salicílico \leftleftarrows p-nitroanilina, reducida \rightleftarrows éter aminohidroquinonadimetílico $\xrightarrow{\text{alquil.}}$ ácido γ ; producto de condensación de ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinona-2-sulfónico con el uretano de 4-amino-4'-oxi-3'-carboxi-1,1-azobenzol; y ácido nitroantranílico \rightleftarrows ácido fenilo-I; reducido, fosgenizado y cuprizado.
- 10.
- 15.
- 20.

El resultado que se logra con la mezcla a emplear según el presente procedimiento aporta no solo una ventaja de teñido en comparación con los colorantes que más se les pueden comparar, sino que también es sorprendente ya que para ambos colorantes individuales se desprende del Colour Index 2ª edición, tomo II, pág. 2332 (Benzo Fast Black G =

- 25.
- 30.



= C. I. Direct Black 19) y pág. 2358 (Benzo Fast Copper Black GL = C. I. Direct Black 95) que los distintos colorantes no son adecuados para una diazoación sobre la fibra y ulterior revelado.

5. EJEMPLO 1.

Sobre algodón o celulosa se prepara según el método de teñido usual, bajo adición de 10 hasta 40 % de sulfato sódico, un teñido al 5 hasta 7 % con una mezcla de

- 10. a) 40 partes del colorante (I) (Fuerza 50:100)
y
- b) 30 partes del colorante (II) (Fuerza 35:100)
o con una mezcla de
- c) 45 partes del colorante (I) (Fuerza 40:100)
y
- 15. d) 35 partes del colorante (II) (Fuerza 25:100)
y
- e) 25 partes del colorante azoico ácido 1-amino-4-nitrobenzol-2-carbónico ----> ácido 2-fenilamino-5-oxinaftalin-7-sulfónico, reducido en los grupos nitro y fosgenizado y cuprizado (Fuerza 80:100)
y
- 20. f) 15 partes del colorante azoico que se obtiene fosgenizado cantidades aprox. equimoleculares de 4-amino-4'-oxi-3'-carboxi-1,1'-azobenzol y ácido 1-amino-4-(4'-aminofeniloamino)-antraquinona-2-sulfónico (Fuerza 70:100);
- 25. el teñido se efectuó a unos 80 hasta 95°C en el plazo de 1 - 1½ horas.
- 30.

- 7 304 790 - 9 OCT



- Los teñidos obtenidos se enjuagan a fondo y en un baño acuoso frío, fresco, que contiene 0,75 hasta 1,5 g/l de nitrito sódico y 2,5 hasta 4 ml de ácido clorhídrico (20° Bé) ó, al emplearse recipientes de hierro, 1,5 hasta 2,5 ml de ácido sulfúrico (66° Bé), se trata durante 20 minutos y de esta manera se diazoa. A continuación se vuelve a enjuagar bien y el teñido se revela inmediatamente en un baño acuoso fresco que contiene 0,8 hasta 1,5 g/l de β -naftol ó 0,5 hasta 1 g/l de 2,4-toluilenodiamina. El tratamiento en el baño de revelado precisa unos 20 hasta 30 minutos y se efectúa a temperatura ambiente. Se obtiene un negro intenso con excelentes propiedades de solidez.
5. En lugar de las mezclas de colorantes empleadas en este ejemplo se pueden utilizar con resultado igual de bueno también las mezclas mencionadas en la descripción con otros colorantes acompañantes o tonalizadores. La proporción de mezcla se puede variar según la tonalidad de negro deseada.
10. En lugar del revelador empleado en este ejemplo, el β -naftol y la 2,4-toluilenodiamina, se pueden utilizar también otros reveladores, tales como las sales mencionadas en la descripción.
15. Las mezclas de colorante se gradúan por lo general con medios auxiliares tales como sosa, dextrina, fosfato trisódico, sulfato sódico y similares, a la fuerza deseada. Las dos mezclas de colorantes mencionados bajo a) hasta f) se pueden debilitar por ejemplo con 10 partes de sosa y 7 partes de dextrina
- 20.
- 25.
- 30.



y 16 partes de fosfato trisódico.

EJEMPLO 2.

5. Un tejido de algodón o celulosa se trata al Foulard en la forma usual a 80 % de humedad residual y una temperatura de 60 - 70°C. Se utilizan 20 g de colorante que en este caso se compone de los siguientes componentes individuales:
10. 30 partes del colorante (I) (Fuerza 20:100)
15 partes del colorante f) del ejemplo 1
33 partes del colorante (II)(Fuerza 30:100)
y 22 partes del colorante e) del ejemplo 1
- La mezcla de colorantes está graduada con 9,5 partes de sosa, 7 partes de dextrina y 16 partes de fosfato trisódico.
15. A continuación se vaporiza el tejido a 103°, después de lo cual se pasa la mercancía a través de una artesa llenada de agua, se exprime y se trata en otras dos artesas que contienen cada una 20 g/l de nitrito sódico y muestran una temperatura de 50°C. Un paso de aire a continuación de unos 15 segundos tiene por finalidad una mejor penetración del nitrito sódico en la fibra.
20. La mercancía se conduce desde el paso de aire hacia la artesa siguiente que contiene 50 cm³/l de ácido clorhídrico y tiene un calor de 40°C. Para que no se arrastre demasiado nitrito sódico al baño de ácido clorhídrico se precisa el tratamiento al Foulard intermedio descrito. En la 4ª y 5ª artesa se enjuaga en frío y en la 6ª pasa la mercancía un
25. baño que está llenado con 10 g/l de diamina tolu-
- 30.

- 9 3 4 7 9 0 - 9 0



- lénica (pH 8 - 8,5) (Revelador), a una temperatura de 40°C. A continuación se encuentra da nuevo un , paso de aire de aproximadamente 15 segundos para la mejor copulación del colorante, En la 7ª y 8ª
5. artesa se enjuaga o se saponifica con 1 - 2 g/l de la sal sódica de un ácido parafina-sulfónico a 40 - 60°C. Los baños de nitrito sódico, ácido clorhídrico y revelador se deben reponer mediante adiciones continuas.

10.

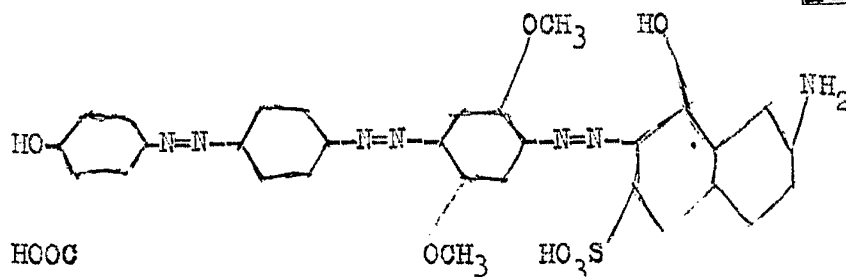
N O T A

- 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 dtalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 10 de octubre de 1963 nª F 40.955 IVc/8m, acogiéndose, por lo tanto,
15. a los beneficios que conceden los convenios internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España:
20. "Procedimiento para la obtención de teñidos negros sobre materiales de celulosa"; caracterizandose
25. por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento para la obtención de teñidos negros sobre materiales de celulosa, caracterizado, porque una mezcla de colorantes azoicos de
30. la composición

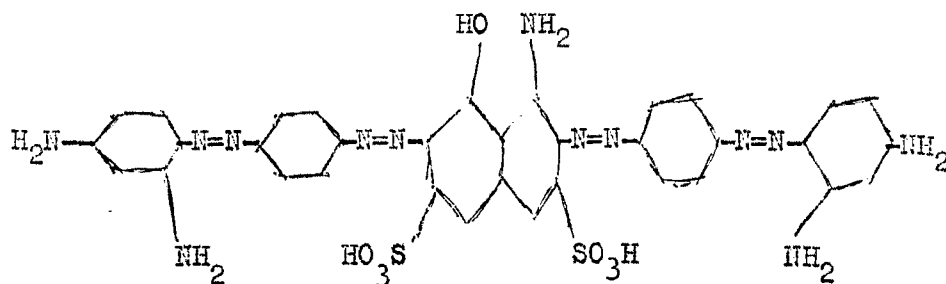


(I)



y

(II)



o sus sales alcalinas, en caso dado en mezcla don otros colorantes tonalizadores, se diazota sobre la fibra y se reune con componentes de copulación libres de grupos de ácido sulfónico.

5.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque en la mezcla se encuentra una parte de aproximadamente 1:2 hasta 2:1 de los colorantes (I) y (II).

10.

3ª.- Procedimiento para la obtención de teñidos negros sobre materiales de celulosa; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria, que consta de diez hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

9 OCT. 1964

FARBENFABRIKEN LAYERS AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GOMEZ ACEDO Y CIA.