



321603

C E R T I F I C A D O  
D E  
A D I C I O N

por "MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N° 293.882",  
por "PROCEDIMIENTO PARA TERNIR Y ESTAMPAR MATERIALES DE ES-  
TRUCTURA FIBROSA CONTENIENDO NITROGENO", a favor de la firma  
suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que pueden teñirse y estamparse a la temperatura ambiente materiales nitrogenados de estructura fibrosa con colorantes solubles en agua o tan sólo dispersables en agua, si se trata el género para teñir con preparaciones tintóreas acuosas que presenten un contenido de ácido del 4 al 30%, respecto al total de la preparación, y

5.

BAD ORIGINAL



321603

que se compongan de un sistema bifásico acuoso, producido por agentes coarervantes tensioactivos, se almacena a continuación durante 10 minutos por lo menos, a la temperatura ambiente, el material así tratado y por último se acaba éste por lavado abundante.

5. abundante.
- Las preparaciones tintóreas que se han de emplear según este invento son más o menos intensamente ácidas. Esta acidez se produce con la adición de ácidos, en particular de ácidos carboxílicos orgánicos. Aunque también puede recurrirse
10. al empleo de ácidos inorgánicos (como, por ejemplo, el ácido fosfórico), los orgánicos, en particular los ácidos mono- y dicarboxílicos alifáticos de peso molecular bajo, merecen especial mención. Así, pueden emplearse con buen resultado el ácido monocloroacético o el ácido cítrico, Resultados igualmente
15. buenos se logran con el ácido tartárico, el ácido propiónico, el ácido glicólico y el ácido láctico, Sumamente aptos son, sin embargo, el ácido acético, y en particular, el ácido fórmico. Las cantidades que se han de emplear pueden oscilar entre límites bastante amplios, por ejemplo entre 4 y 30% respecto a
20. la preparación tintórea. Pero de preferencia se emplean cantidades del orden de 10 a 20%.

Por el procedimiento aquí expuesto pueden teñirse o estamparse los más diversos materiales nitrogenados de estructura fibrosa. Así, pueden tratarse tanto materias naturales

25. como sintéticas. Entre las materias naturales cabe citar el



321603

- cuero, las pieles (por ejemplo, pieles de oveja), pelos (como, por ejemplo, cabello humano, pelo de cabra, pelo de conejo o de liebre), plumas, sisal (que contiene productos albuminosos incorporados en la celulosa) y lana. Entre los materiales sintéticos, que pueden ser tanto lisos como tejidos, cabe citar los que se componen principalmente de poliacrilonitrilo, las poliamidas (como, por ejemplo, los productos de condensación de hexametildiamina y ácido adípico), los policondensados del ácido omega-aminoundecánico y los de épsilon-caprolactamo.
5. Pero, como se comprende, pueden teñirse o estamparse también mezclas fibrosas en las que esté contenida una, por lo menos, de las clases de fibras que se han indicado.

- En calidad de colorantes entran en consideración para este procedimiento tanto los solubles en agua como los que sólo son dispersables en agua. Estos colorantes pueden contener grupos reactivos que establezcan un enlace covalente con el material fibroso o pueden también carecer de tales grupos.

- Entre los colorantes solubles en agua se prefieren los que deben su solubilidad en agua a la presencia de grupos ácidos, como los grupos de ácido carboxílico, pero en particular los grupos de ácido sulfónico. Por lo demás, pueden pertenecer a las más diversas clases, como por ejemplo a las de los colorantes oxazínicos, trifenilmetánicos, xantémicos, nitrosos, acridónicos o ftalocianínicos, pero en particular a las de los colorantes monoazoicos o poliazoicos metalizados y desmetalizados, y de los colorantes antraquinónicos.
- 20.
- 25.



321603

- Entre los colorantes reactivos que por lo demás pueden pertenecer a las clases que acaban de indicarse (como, por ejemplo, las de los colorantes oxazínicos, trifenilmetánicos, xanténicos, nitrosos, acridónicos, o ftalocianínicos, pero en particular a las de los colorantes monoazoicos o poliazoicos metalizados y desmetalizados y de los colorantes antraquinónicos) deben entenderse comprendidos los colorantes que pueden establecer con el material que se ha de teñir un enlace químico, es decir, covalente. Como agrupaciones que confieren esta facultad al colorantes, cabe mencionar aquí los grupos de epóxido, los grupos de etilenimina, los grupos de isocianato, los grupos de isotiocianato, los grupos de éster arílico de ácido carbamínico, las agrupaciones que contienen un sustituyente lábil y fáciles de escindir con arrastre del par de electrones de enlace, por ejemplo los grupos de haluro sulfónico, los grupos de éster de ácido sulfónico ligados alifáticamente y los grupos sulfoniloxi ligados alifáticamente, así como los átomos de halógeno, en particular un átomo de cloro ligado alifáticamente, pero sobre todo los grupos vinilacéticos, como por ejemplo los grupos vinilsulfónicos y, en particular, el grupo carboxivinílico. De conveniencia, estos sustituyentes lábiles se hallan en la posición gamma o en la posición beta de un radical alifático ligado directamente o por medio de un grupo amínico, sulfónico o sulfonamido a la molécula de colorante; en los colorantes que entran en consideración, los

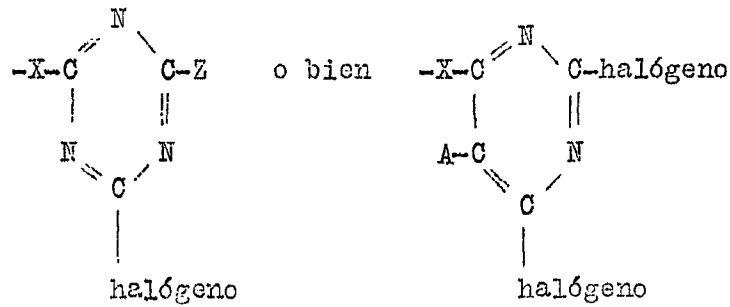


321603

átomos de halógeno que figuran como substituyentes lábiles se hallan también en un radical acílico alifático, por ejemplo en un radical acetílico, o en posición beta, o respectivamente en posición alfa y beta, de un radical propionílico o acrílico,

5. o en un radical heterocíclico, por ejemplo en un anillo pirimidínico, piridacínico o triacínico. Los colorantes contienen de conveniencia una agrupación de la fórmula

10.



15.

donde

20. X significa un puente de nitrógeno,
- Z significa un átomo de hidrógeno, un grupo aminorico (eventualmente substituido), un grupo oxi o mercapto eterificado, un átomo de halógeno o un grupo alquímico, arílico o aralquílico y
25. A significa un átomo de hidrógeno o de halógeno. (los



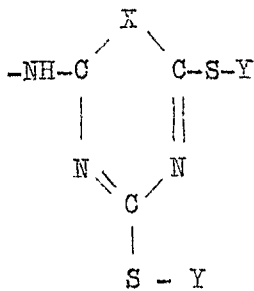
321603

átomos de halógeno son, por ejemplo, átomos de bromo, pero de preferencia átomos de cloro).

Pero también pueden emplearse colorantes que contengan

- 5. agrupaciones difenoxitriacénicas y los colorantes que contienen una agrupación de la fórmula

10.



15.

donde

X representa = CH-, =C<sup>Cl</sup> o =N<sup>+</sup> e

20.

Y significa  $\begin{array}{c} \diagup \\ \text{-C-N-} \\ \diagdown \\ \text{S} \end{array}$  o un grupo  $\begin{array}{c} \text{N} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{-C} \quad \text{R} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \end{array}$

Otras agrupaciones activas apropiadas son los radi-

- 25. cales siguientes: radicales tricloropiridacénicos, dicloroquino-



321603

xalínicos, diclorobuténicos, piridazónicos halogenados, sulfodichloropropilamídicos, alilsulfónicos, alilsulfúricos, 2-halogenbenzotiazolcarbamídicos y beta-sulfatopropionamídicos. Sin embargo, se logran resultados sumamente favorables con los colorantes

- 5. reactivos que se derivan de colorantes azoicos y que como grupo reactivo contienen por lo menos un grupo acrilamídico o alfa-halogenacrilamídico, o sea un grupo insaturado etilénicamente, o un grupo transformable en uno de tal índole, por ejemplo un grupo beta-halogen- o alfa,beta-dihalogen-propionílico.

- 10. Entre los colorantes dispersables en agua se comprenden los que son ciertamente insolubles en agua, pero que en estado finamente molido, por lo menos con ayuda de agentes dispersantes, forman suspensiones acuosas muy finas. De estas suspensiones, los colorantes prenden de modo muy duradero, sobre

- 15. todo a las fibras sintéticas y a las pieles. Se emplean con ventaja los llamados colorantes de dispersión. Estos pueden ser desmetalizados o contener metal ligado en complejo.

Entre los colorantes azoicos ocupan una posición preferente los que contienen grupos de ácido sulfónico y se prenden a la lana en baño ácido, por ejemplo de ácido acético o sulfúrico. Igualmente se logran muy buenos resultados con colorantes de complejo azocrómico, ácidos, que contengan por un átomo de cromo una molécula de colorante. Se prefieren muy particularmente, sin embargo, los complejos azometálicos que por un

- 25. átomo de metal presentan dos moléculas de colorante. En concep-



321603

to de átomos de metal entran en consideración sobre todo el cromo y el cobalto. Al mismo tiempo, estos complejos 1:2-metálicos pueden también estar desprovistos de los grupos acuosolubilizantes ácidos antes mencionados y presentar, en lugar de ellos, grupos alquilsulfónicos o sulfonamídicos.

Pero no sólo pueden emplearse con buen resultado los colorantes metalizados, sino también los que recién se metalizan en el curso del proceso tintóreo. Así, han demostrado ser aptos los colorantes o,o'-dioxiazóicos o los colorantes que contienen agrupaciones o-oxicarboxi. Los complejos metálicos de tales colorantes se forman de ordinario en baños tintóreos ácidos, con agentes donadores de metal, en particular bicromato potásico, en caliente.

Además, las preparaciones tintóreas deben contener por lo menos un agente auxiliar coacervante tensioactivo. Estos agentes auxiliares pueden ser no ionógenos o anionactivos y deben estar capacitados para la coacervación de las preparaciones tintóreas. Coacervación significa deshacer en dos fases líquidas la mezcla de una solución coloidal de un coluido hidrófilo. La fase más rica en materia, en este caso la fase más rica en agente auxiliar, se designa como coacervato, y la fase más pobre en materia, en este caso la fase más pobre en agente auxiliar, se designa como líquido de equilibrio. Por lo tanto, en un sistema coacervado existe el mismo disolvente en ambas fases. Otra característica de un sistema coacervado es la circunstancia de



321603

que un poco de coloide puede absorber una cantidad relativamente grande de disolvente, en el caso actual agua. Por lo general, la cantidad del disolvente absorbido es un múltiplo de la cantidad del agente coacervante empleado. Las fases líquidas existentes en el conjunto deben hallarse en forma de una emulsión. En caso necesario, la adición de un espesante produce la distribución de ambas fases para que se forme una emulsión perfectamente estable.

Los agentes auxiliares que se ajustan a estas condiciones pueden pertenecer a los más diversos tipos de compuestos.

Particularmente aptos para el procedimiento aquí expuestos son los productos de reacción a base de ácidos grasos de peso molecular alto y oxialquilaminas. También son aptos los productos de adición de óxido de etileno a estos productos de reacción.

Por ejemplo, tales productos a base de ácidos grasos de peso molecular alto (preferentemente los de unos 12 átomos de carbono) y oxialquilaminas (como trietanolamina o, de preferencia, dietanolamina) pueden prepararse sin empleo simultáneo de óxido de etileno, para lo cual la reacción se efectúa de modo que la proporción cuantitativa molecular entre la oxialquilamina y el ácido graso sea mayor de 1, por ejemplo 2:1. Tales compuestos están descritos en la patente norteamericana 2.089.212.



321603

Para la preparación de agentes auxiliares a base de ácidos grasos, oxialquilaminas y óxido de etileno es por lo general conveniente que se elija, como antes se ha expuesto, la proporción cuantitativa entre la oxialquilamina y el ácido graso

5. de peso molecular alto. El óxido de etileno se mide ventajosamente de modo que la proporción cuantitativa molecular entre el ácido graso empleado para la reacción y el óxido de etileno empleado para la reacción sea aproximadamente de 1:2 a 1:15.

10. El orden de sucesión de las reacciones de las tres materias de partida, o sea del ácido graso, de la oxialquilamina y del óxido de etileno, es de por sí indiferente. Por ejemplo, pueden lograrse valiosos resultados si a uno de los productos de reacción mencionados antes a base de un ácido graso y una oxialquilamina se adiciona ulteriormente óxido de etileno.

15. Pero también puede adicionarse óxido de etileno a una oxialquilamida de ácido graso, como la que resulta de la reacción de un ácido graso con una oxialquilamina en la proporción molecular 1:1, y hacerse reaccionar el producto de aducción obtenido, de conveniencia otra vez en la proporción molecular
20. 1:1, con una oxialquilamina. Asimismo pueden obtenerse buenos resultados si, en lugar de efectuar la reacción ultimamente mencionada (que se desarrolla convenientemente a temperatura elevada, por ejemplo de 130 a 150°C, durante algunas horas), se añade muy sencillamente una oxialquilamina al producto de aduc-



321603

ción de alquilolamida de ácido graso y óxido de etileno.

- También para los agentes auxiliares preparables con empleo simultáneo de óxido de etileno entran en consideración como ácidos grasos, por ejemplo, el ácido caprílico, el ácido
5. esteárico, el ácido oleico y, en particular, el ácido graso de coco; y como oxialquilaminas son aptas la trietanolamina, la dioxietilendianina y, en particular, la dietanolamina, lo mismo que las mezclas de estas aminas. Como agentes auxiliares particularmente preferidos cabe destacar el producto obtenible
10. a base de 1 mol de ácido graso de coco y 2 moles de dietanolamina, con disociación de 1 mol aproximadamente de agua, y el producto que se obtiene por aducción de 2 moles de óxido de etileno a 1 mol de (dioxietil)-amida de ácido graso de coco y reacción del producto de la aducción con dietanolamida, en la
15. proporción molecular 1:1.

- Pero no solo pueden emplearse los productos de la reacción de ácidos grasos con oxialquilaminas, sino también los de ácidos grasos con ácidos amínicos N-sustituídos o insustituídos o sus sales. Un compuesto de esta índole es, por ejemplo,
20. la sal monoetanolamínica de sarcosida de ácido láurico.

- Además, pueden emplearse también como agentes auxiliares los productos de la aducción de óxido de etileno a ácidos grasos de peso molecular alto, alcoholes alifáticos de peso molecular alto, alquilfenoles, alquilmereaptanos de peso molecular alto o aminas alifáticas de peso molecular alto.
- 25.

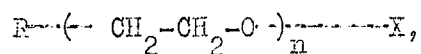


321603

Esta clase de agentes auxiliares no deben, de preferencia, presentar más de 8 moles de óxido de etileno en la cadena de éter poliglicólico.

Cabe asignarles la fórmula

5.

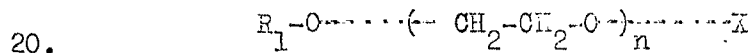


10. donde

R representa un radical hidrófobo,  
X representa un átomo de hidrógeno o un grupo acuoso-lubilizante ácido y  
n representa un número entero no mayor de 6.

15.

Entre estos compuestos, asumen de nuevo lugar preferente los de la fórmula



donde

n y X tienen el significado ya expuesto y  
R<sub>1</sub> representa un radical alifático, cicloalifático

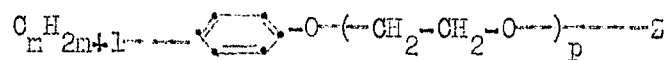


# 321603

alifático-aromático, de preferencia un radical hidrocarburo, con 10 a 22 átomos de carbono; tales radicales se derivan de alcoholes, como el alcohol láurico, el tridecílico, el oleílico, el octadecílico o el hidroabietílico; de ácidos carboxílicos, como el ácido láurico o el ácido graso de coco; y en particular de alquifenoles como el octil- o el nonil-fenol.

Estos agentes auxiliares se obtienen si se hacen reaccionar los alcoholes, ácidos o alquifenoles antes mencionados con 1 a 5 moles de óxido de etileno ( de preferencia 1 a 3 moles de óxido de etileno) y luego eventualmente se los eterifica con un ácido halogen- u oxi-carboxílico (como, por ejemplo, el ácido cloro-acético) o, con ayuda de un ácido dicarboxílico orgánico (como el ácido maleico, el ácido malónico o el ácido succínico), pero de preferencia con un ácido inorgánico polibásico (como el ácido ortofosfórico o, en particular, el ácido sulfúrico), se los convierte en un éster ácido.

De este grupo de compuestos son sumamente aptos los que corresponden a la fórmula





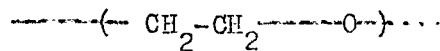
321603

donde

- n representa un número entero por valor de 7 a lo menos,
- p representa un número entero por valor de 1 a 5 (preferentemente, 1 a 3) y
- 5. Z representa un grupo acuosolubilizante ácido, de preferencia el radical de un ácido inorgánico polibásico.

Por lo tanto también pueden emplearse mezclas de agentes auxiliares de las fórmulas anteriores, en particular de aquellos

- 10. cuyos radicales



- 15. no son uniformes, de modo que el valor medio del índice n o p no representa ya ningún número entero, o sea que puede ser, por ejemplo, 1,5 aproximadamente. No obstante, para componer las preparaciones acuosas se emplean con ventaja, no los éteres y ésteres ácidos, sino sus sales alcalinas, amónicas o amínicas.

- 20. Las cantidades en que pueden emplearse estos agentes auxiliares oscilan dentro de amplios límites. Dado, sin embargo, que las cantidades con que se produce la conservación son diferentes de un agente auxiliar a otro, no pueden indicarse limitaciones cuantitativas de validez general. No obstante, ha
- 25. demostrado ser conveniente que el conservato formado constituya



321603

por lo menos el 10% de toda la preparación tintórea. La medición de la cantidad de coacervato puede realizarse por el método de la probeta en reposo, mediante sedimentación o también por vía microscópica.

5. El procedimiento aquí expuesto sirve para teñir y estampar a la temperatura ambiente material nitrogenado de estructura fibrosa. Para ello, o bien se impregna el género con las preparaciones acuosas, de preferencia en el fular, o bien se le puede estampar por uno de los procedimientos usuales de estampación, de los cuales el procedimiento Vigoureux ha demostrado ser particularmente apto.

- Después de haber aplicado las preparaciones tintóreas por uno de los procedimientos antes mencionados a los materiales que se han de teñir o estampar, sigue un almacenamiento, largo o corto, a la temperatura ambiente. Aquí hay que tener cuidado en evitar que se inicie el secado del género teñido. En consecuencia, el almacenamiento ha de efectuarse en un sistema cerrado, por ejemplo en un recipiente bien cerrado o mediante empaquetamiento del género teñido en una lámina de plástico o en una tela de goma. Por temperatura ambiente debe entenderse la temperatura que exista en la sala correspondiente o una temperatura que diverja sólo ligeramente de ésta. No importa que esta temperatura sea alta o baja. Se asume que sea, por término medio, de unos 20°C; si es más alta, se reduce proporcionalmente el tiempo de almacenamiento; si, en cambio, es más baja,



321603

debe almacenarse proporcionalmente más tiempo. El tiempo de almacenamiento es de 10 minutos por lo menos, pero puede ser prolongado ventajosamente, en particular para los matices medianos hasta oscuros, por ejemplo hasta 48 horas.

5. A continuación del almacenamiento viene una operación de lavado. Esta sirve para eliminar del material teñido los residuos ácidos. Se la puede efectuar con baños de lavado calientes, pero es preferible hacerlo con baños fríos. Para mayor ventaja, los baños ulteriores de lavado para neutralizar el ácido
10. excedente y para eliminar de las fibras los restos de coacervato contienen una adición de álcali, como por ejemplo carbonato sódico, hidróxido sódico y, en particular, amoníaco. El pH de uno de estos baños de lavado debe ser de 8 por lo menos, después del lavado.
15. Los agentes auxiliares aptos para el procedimiento aquí expuesto pueden emplearse solos o en mezclas. Pero tales mezclas no deben constar exclusivamente de agentes coacervantes, sino que pueden contener agentes auxiliares coacervantes tensioactivos y agentes auxiliares no coacervantes tensioactivos. Los
20. agentes auxiliares no coacervantes pueden ser tanto no ionógenos como anionactivos o cationactivos; pueden ser los agentes de igualización, humectación y dispersión que se usan de ordinario en tintorería.
25. Como ulteriores aditivos, las preparaciones tintóreas pueden contener también espesantes, en cuyo caso debe pro-



321603

curarse que sean compatibles con los ácidos. Así, entran sobre todo en consideración los éteres de almidón, las carboxialquilcelulosas (en particular, carboximetilcelulosas), los ácidos carabínicos esterificados, o compuestos de acción semejante.

5. Asimismo se ha demostrado conveniente añadir a las preparaciones tintóreas un agente antiespumante. Se han acreditado sobre todo los antiespumantes a base de silicona.

Las ventajas del procedimiento aquí expuesto radican sobre todo en el mayor rendimiento de los colorantes, en la obtención de matices oscuros y en el hecho de poderse emplear también los colorantes complejos 1:2-metálicos, sumamente sólidos.

En los ejemplos que siguen, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso, siempre que no se indique otra cosa.

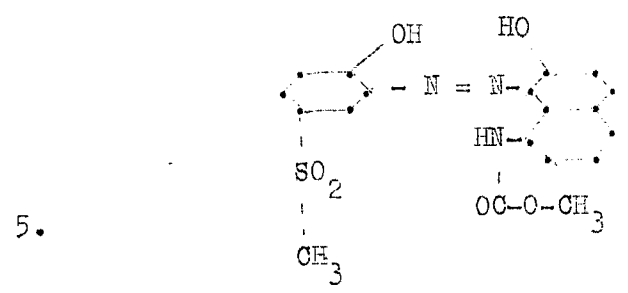
EJEMPLO 1.

En un fular de dos cilindros se impregna a la temperatura ambiente un fieltro para ropa, de lana pura y sin tejer, con la preparación siguiente:

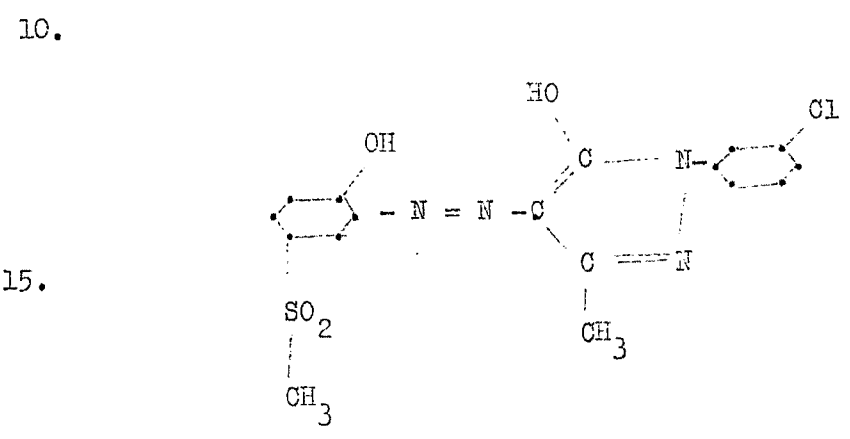
10 partes del colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cobalto, 1 molécula del colorante de la fórmula



321603



y



20. 40 partes del producto de la reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dietanolamina,
- 100 partes de espesamiento acuoso al 5% de ácidos carabínicos esterificados,
- 25.



# 321603

200 partes de ácido fórmico al 85% y  
650 partes de agua.

y se le exprime hasta el 80% de retención del líquido.

5.

Se enrolla el fieltro fulardado, se lo envuelve de modo impermeable al aire en una hoja de polietileno y se lo guarda durante 48 horas a la temperatura ambiente. A continuación del almacenamiento, se le enjuaga a fondo con agua fría en una máquina de lavado amplio y luego se seca. Se obtiene una tintura parda vigorosa y de buenas propiedades de solidez.

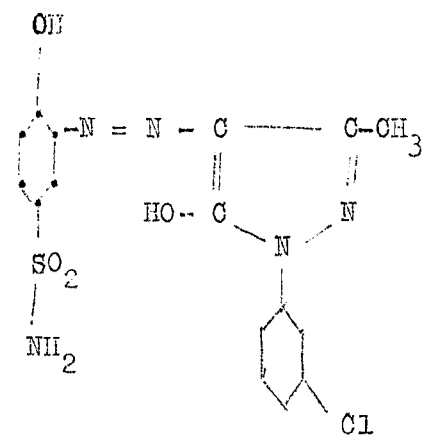
10.

Se obtienen resultados semejantes con los colorantes siguientes:

15.

- colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cromo, 2 moléculas del colorante de la fórmula

20.



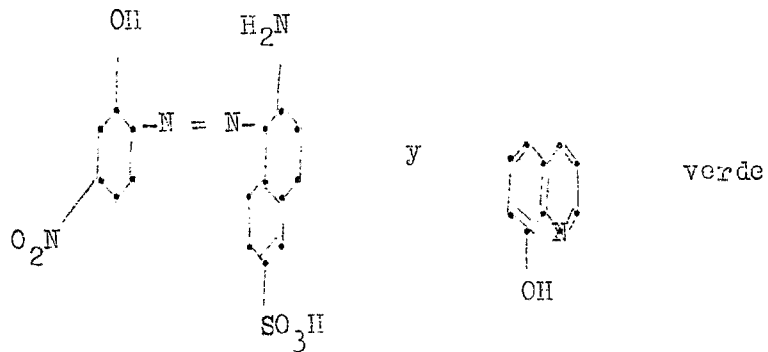
rojo anaranjado



321603

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cromo, 1 molécula de los compuestos de las fórmulas

5.

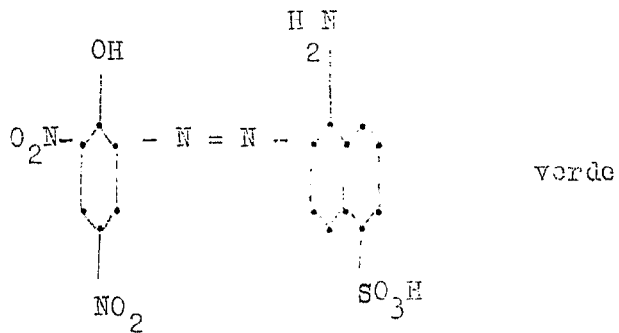


10.

15.

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cobalto, 2 moléculas del colorante de la fórmula

20.



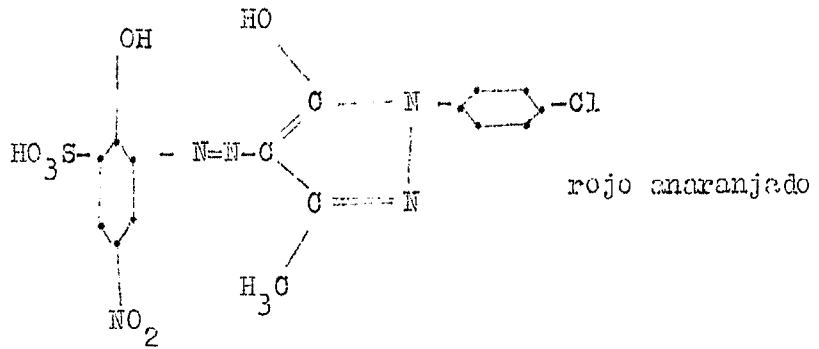
25.



321603

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cromo, 2 moléculas del colorante de la fórmula

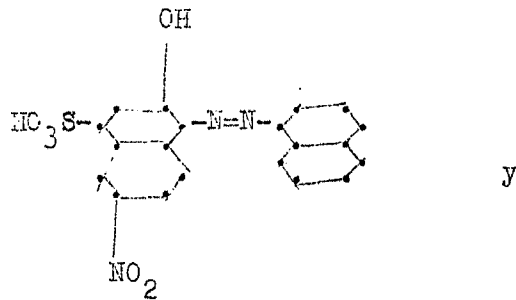
5.



10.

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 15. átomo de cromo, 1 molécula de los colorantes de las fórmulas

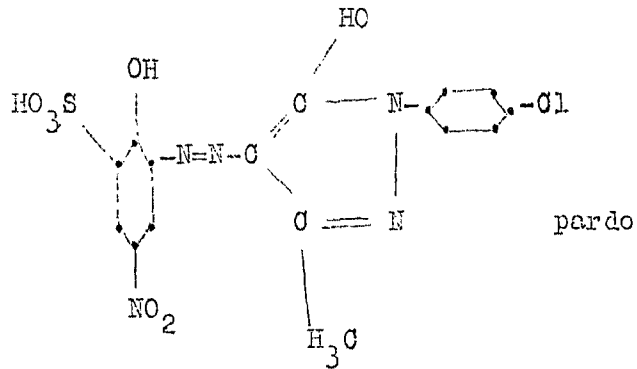
20.





321603

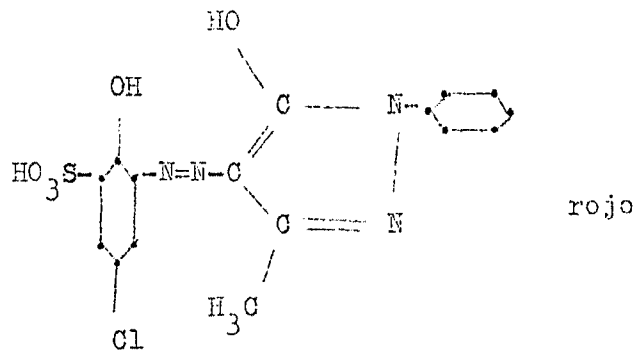
5.



10.

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cromo, 2 moléculas del colorante de la fórmula

15.

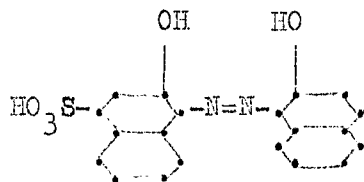


20.

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cromo, 2 moléculas del colorante de la fórmula



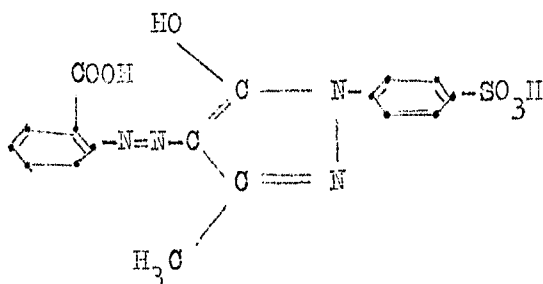
321603



azul

5.

- Colorante complejo 1:1-crómico que contiene, por 1  
10. átomo de cromo, 1 molécula del colorante de la fórmula



amarillo

15.

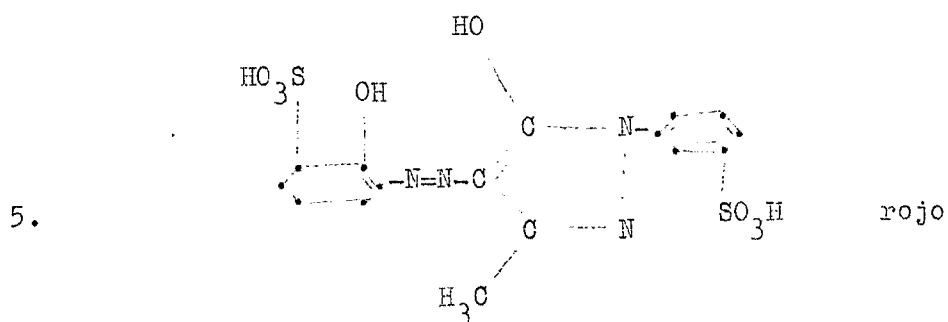
20. -Colorante complejo 1:1-crómico que contiene, por 1  
átomo de cromo, una molécula del colorante de la fórmula

10 EN



- 24 -

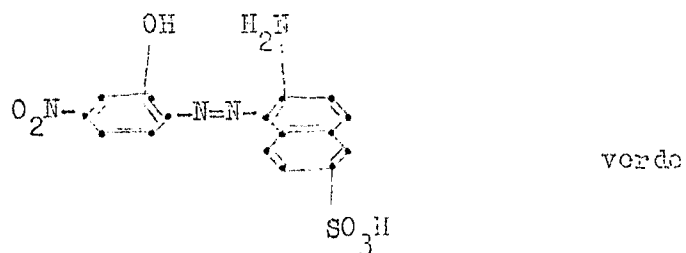
321603



10.

-Colorante complejo 1:1-crómico que contiene, por 1 átomo de cromo, 1 molécula del colorante de la fórmula

15.

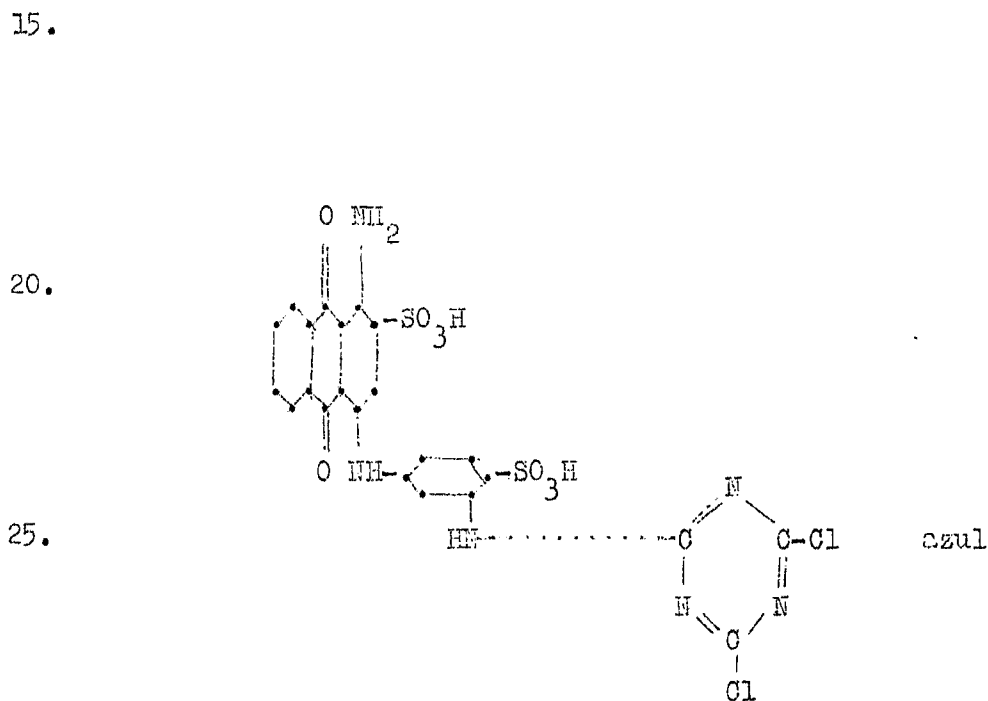
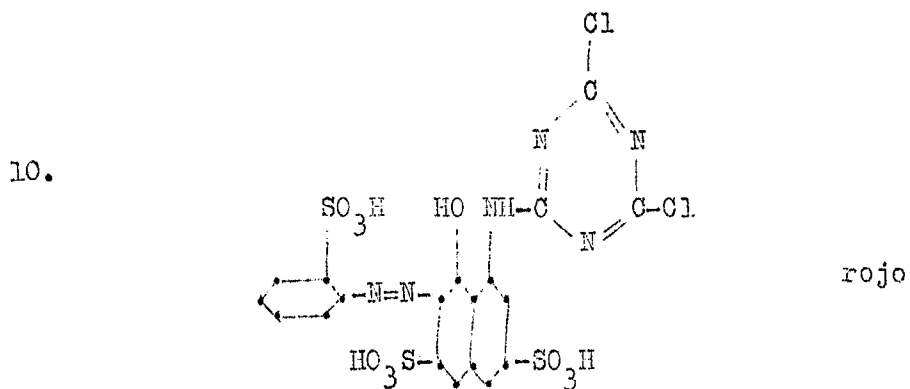
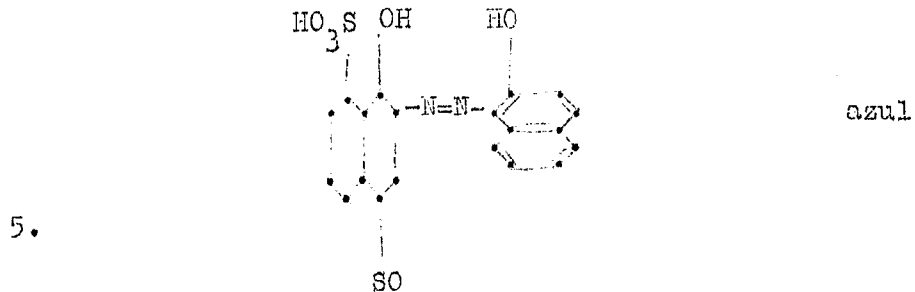


20.

-Colorante complejo 1:1-crómico que contiene, por 1 átomo de cromo, 1 molécula del colorante de la fórmula

321603

10

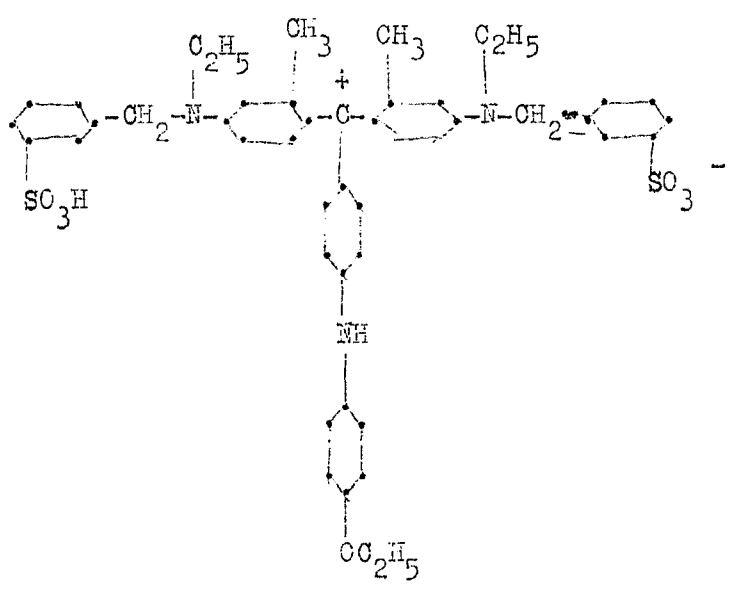




10 EMB

321603

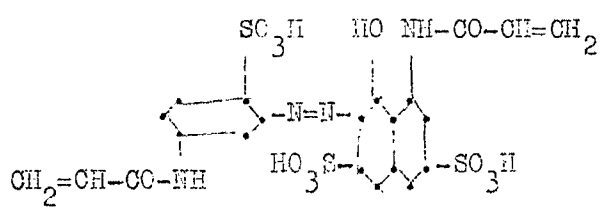
5.



azul

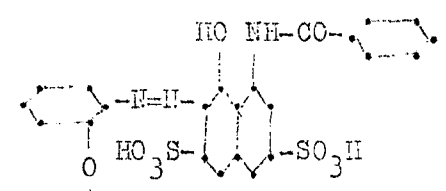
10.

15.



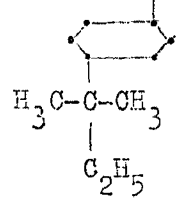
rojo

20.



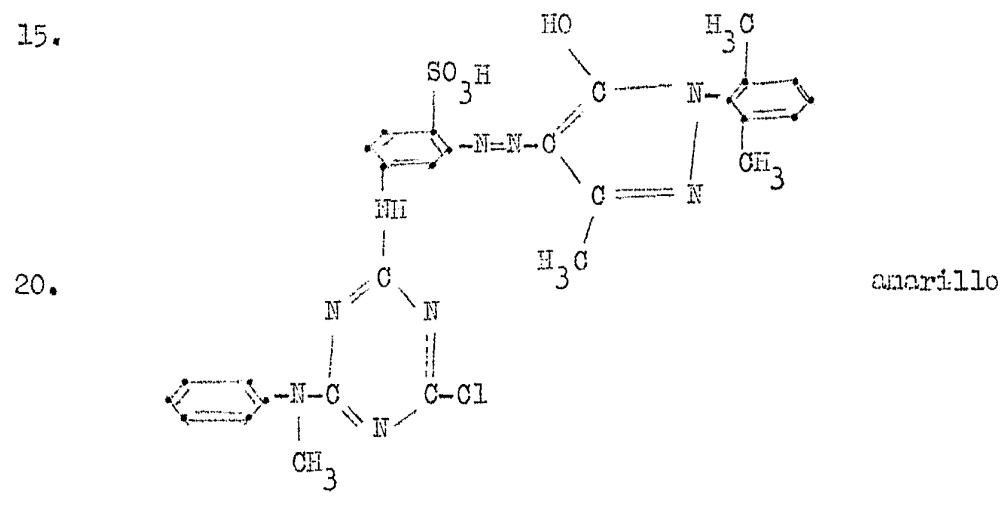
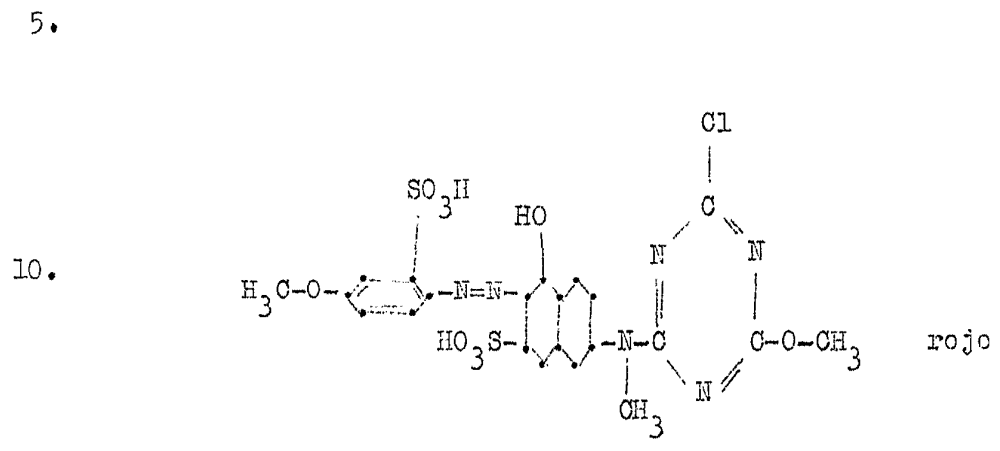
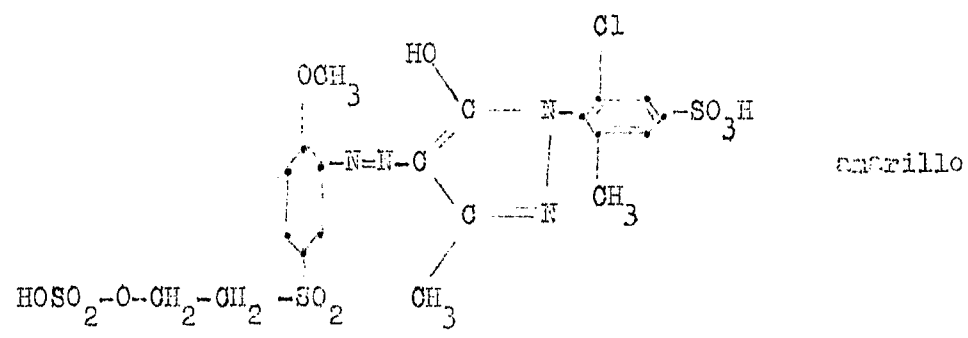
rojo

25.





321603



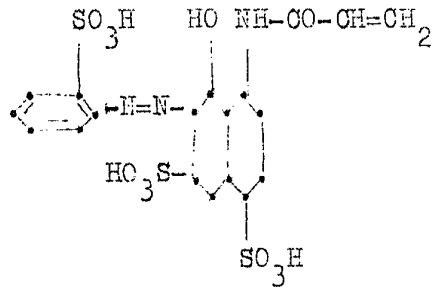


10 F

321603

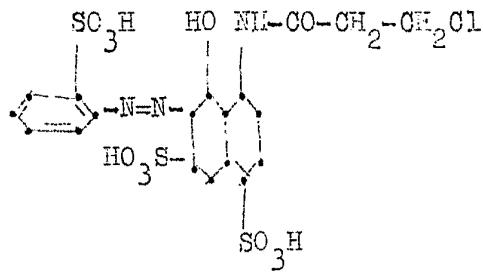
- 28 -

5.



rojo

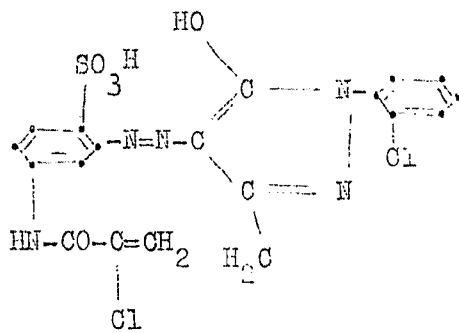
10.



rojo

15.

20.



anari llo





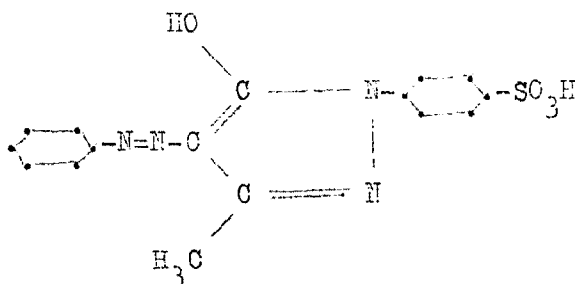
321603

EJEMPLO 2.

En un fular de dos cilindros se impregna perfectamente lana pura con la siguiente preparación

5 partes del colorante de la fórmula

5.



15.

40 partes del producto de la reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dicitanolamina,

100 partes de espesamiento acuoso al 5% de ácidos carboxílicos esterificados,

2 partes de anticapunte a base de silicona,

20.

200 partes de ácido fórmico al 85% y

653 partes de agua,

y se le exprime hasta el 80% de retención de líquido.



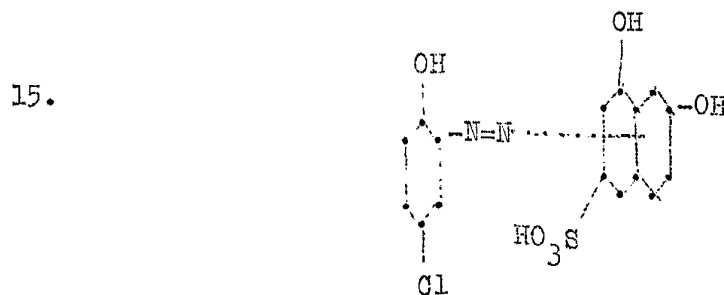
321603

Se enrolla el género fulardado, se le envuelve de modo impermeable al aire en una lámina de goma y se le guarda durante 24 horas a la temperatura ambiente. A continuación se le acaba tal como se ha descrito en el ejemplo 1. Se obtiene

5. una tintura rojo anaranjada igualada.

Si las 100 partes de espesamiento se reemplazan por agua, se obtienen resultados igualmente buenos. Sin mena importante de la calidad de la tintura, puede limitarse también a 20 minutos el tiempo de almacenamiento.

10. Si se reemplaza el colorante anterior por 20 partes de colorante de la fórmula



20.

se enjuaga a fondo el tejido en una lavadora después del almacenamiento, se le trata a continuación durante 30 minutos en un baño de agua hirviente con 1% de bicromato potásico (respec-

25.



321603

to al peso en seco del género) y se acaba la tintura mediante enjuague, se obtiene una tintura gris sólida.

- El tejido de lana puede reemplazarse también por una piel de oveja. La impregnación se efectúa entonces con ven-
5. taja mediante cepillado. Procediendo en lo demás de la misma manera, se obtiene una tintura perfecta en la que, según la cur-tición, debe efectuarse una ligera curtición ulterior.

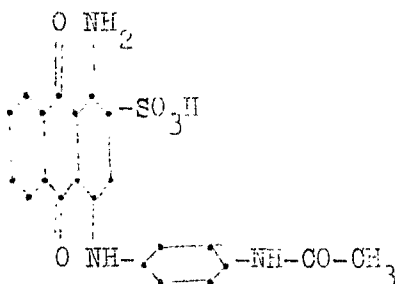
EJEMPLO 3.

10. En un fuller de tres cilindros, se impregna un tejido mixto, constituido en la trama por lana y en la urdimbre por hilos de poliamida sin fin, rizados, a base de condensado de hexametildiamina-ácido adípico (el llamado tejido Skielastik), con la preparación siguiente:

15.

10 partes del colorante de la fórmula

20.





321603

- 40 partes de una solución al 63% de sal de dietanilamina-ácido graso de coco,  
éster polietilenglicólico de ácido graso de coco con 6 a 8 moles de óxido de etileno y
5. sulfonato sódico de tetralina, en una mezcla agua/isopropanol,
- 100 partes de espesamiento acuoso al 5% de ácidos carubínicos esterificados,
10. 2 partes de anticspumante a base de silicona,  
200 partes de ácido fórmico al 85% y  
648 partes de agua.

y se le exprime hasta el 100% de retención de líquido.

15.

Se enrolla el género impregnado, se le vuelve de modo impermeable al aire en una tela de goma y se le guarda durante 24 horas a la temperatura ambiente. A continuación se enjuaga en agua fría, se lava durante 20 minutos en un baño

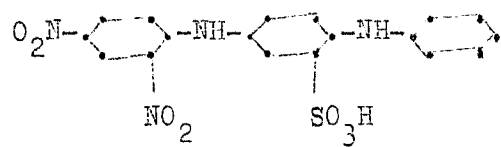
20. frío que contiene, por 1000 partes de agua, 1 parte de amoníaco y 0,5 partes del producto de la reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dietanilamina y por último se vuelve a enjuagar. Se obtiene una tintura matizada azul viva.



321603

Se logran resultados semejantes si se emplean los colorantes siguientes:

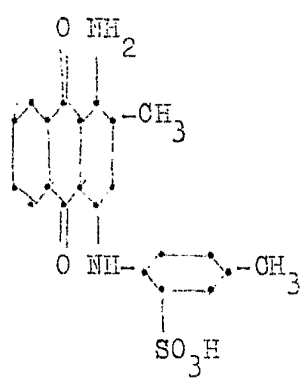
5.



amarillo

10.

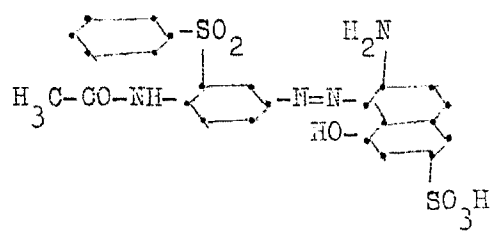
15.



azul

20.

25.



rojo



321603

Si se reemplazan las 40 partes de la combinación de agentes auxiliares descrita antes por las mismas partes de uno de los agentes auxiliares que siguen, se obtienen igualmente resultados semejantes:

- 5.
  - a) Producto de la reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dietanolamina.
  - b) Producto de condensación de 1 mol de p-tercinonilfenol con 5 a 6 moles de óxido de etileno.
- 10. c) Mezcla en partes iguales de sal de dietanolamina-ácido graso de coco y éster polietilenglicólico de ácido graso de coco con 6 a 8 moles de óxido de etileno.
- d) Sal monoetanolamínica de sarcosida de ácido láurico.
- 15. c) Solución acuosa al 44% de la sal aniónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de condensación de 1 mol de p-tercinonilfenol y 2 moles de óxido de etileno.
- 20. Si en lugar del tejido mixto de lana y poliamida se emplea un artículo tricetado de lana y fibras de polipropileno modificadas básicamente, se obtienen resultados igualmente buenos.
- 25.

10 ENE



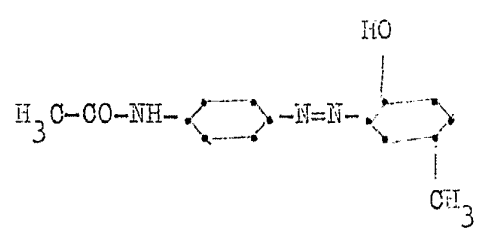
321603

EJEMPLO 4.

Una alfombra constituida por un tejido fundamental de yute y un velo de poliamida texturada a base de épsilon-caprolactamo se impregna en un fular de tres cilindros, por medio de dos inmersiones, con la preparación siguiente:

20 partes del colorante de la fórmula

10.



15.

30 partes del producto de condensación de p-terci-nonilfenol y 5 moles de óxido de etileno,  
40 partes de espesamiento acuoso al 5% de ácidos carabínicos esterificados,

20.

2 partes de antiespumante a base de silicona,  
200 partes de ácido fórmico al 85% y  
708 partes de agua.



321603

El género impregnado, después de exprimido hasta el 30% de retención de líquido, se enrolla, se envuelve de modo impermeable al aire y se almacena durante 24 horas a la temperatura ambiente, con rotación lenta y continua.

5. A continuación se le enjuaga a fondo con agua fría y luego se le lava durante 15 minutos en un baño a 30°C que contiene, por 1000 partes de agua, 1 parte de carbonato sódico y 1 parte de sulfonato de heptadecenilbencimidazol.

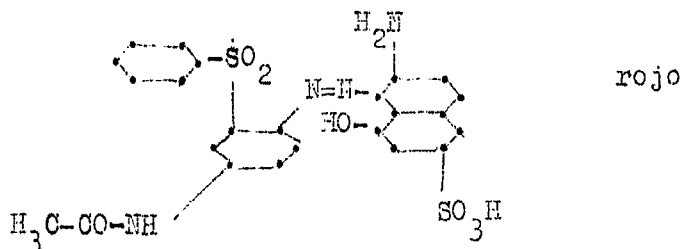
Por último, se vuelve a enjuagar y luego se seca.

10. Se obtiene una tintura amarilla intensa, en la que el fondo de yute está teñido sólo, un poco más débilmente.

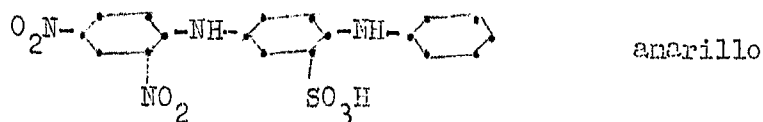
Resultado semejante se logran con los agentes auxiliares empleados en los ejemplos 1 a 4 y los colorantes siguientes:

15.

20.



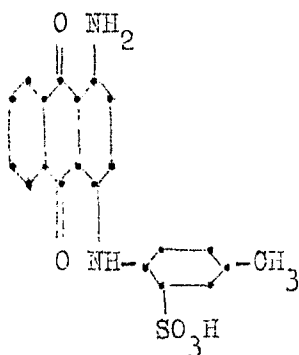
25.





321603

5.

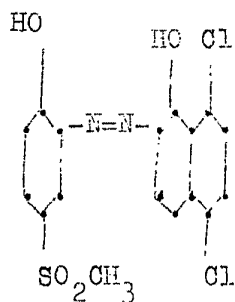


azul.

10.

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cromo, 2 moléculas del colorante de la fórmula

15.



azul rojizo

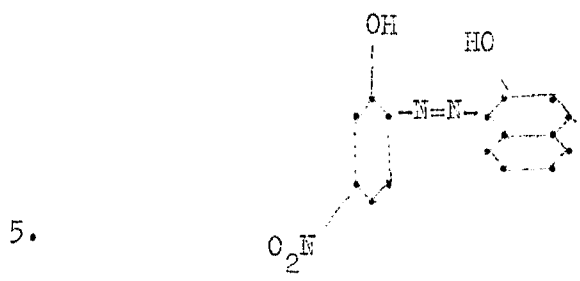
20.

-Colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cobalto, 2 moléculas del colorante de la fórmula

25.



321603

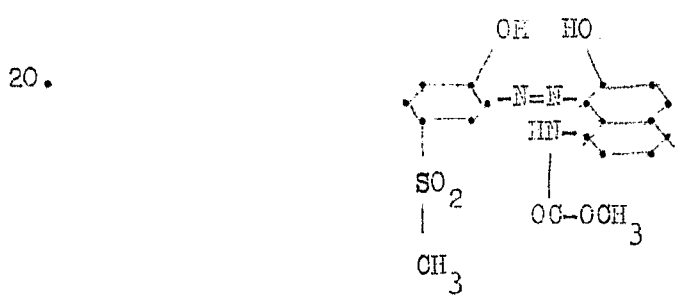


violado.

EJEMPLO 5.

10. En un fular de dos rodillos se impregna un tejido, compuesto en partes iguales en lana y algodón, con la preparación siguiente:

15. 10 partes del colorante complejo metálico que contiene, por 1 átomo de cromo, 2 moléculas del colorante de la fórmula



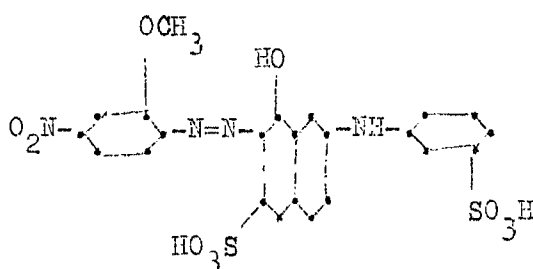
25.



321603

20 partes del complejo de cobre que se origina por cuprificación desmetilante del colorante de la fórmula

5.



10.

15.

10 partes de ácido dinaftil-notan-sulfónico,  
50 partes del producto de la reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dietanolamina,

20.

50 partes de espesamiento acuoso al 5% de ácidos carabínicos esterificados,  
2 partes de antiespumante a base de silicona,  
200 partes de ácido fórmico al 85% y  
685 partes de agua.



10

321603

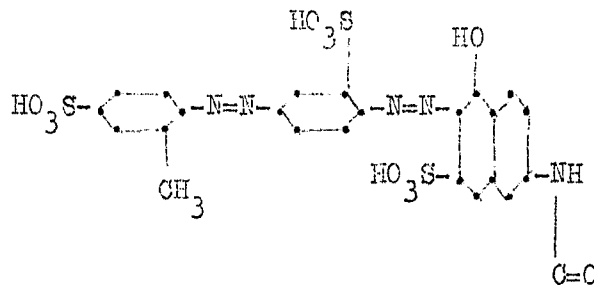
El género impregnado, después de exprimido hasta el 80% de retención de líquido, se enrolla, se envuelve de modo impermeable al aire y se guarda durante 18 horas a la temperatura ambiente. El acabado se efectúa tal como se ha descrito en el ejemplo 1. Se obtiene una tintura matizada de buenas propiedades de solidez.

Si se reemplaza la combinación anterior de colorante por una de las combinaciones que siguen, se obtienen resultados igualmente buenos:

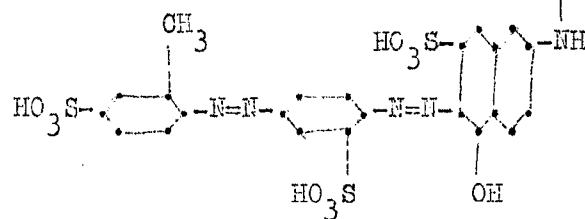
10.

20 partes del colorante de la fórmula

15.



20.



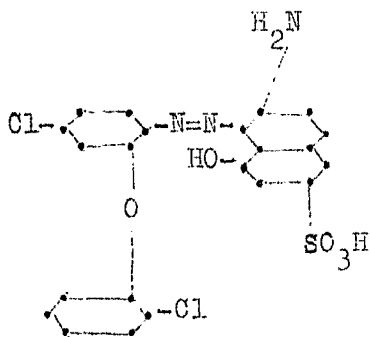
25.



321603

10 partes del colorante de la fórmula

5.



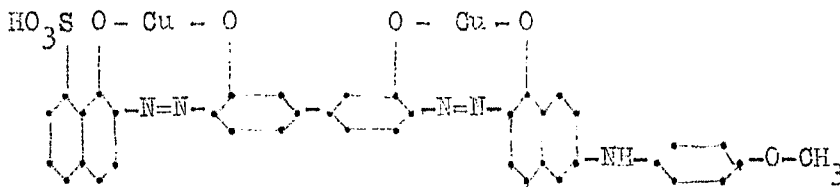
10.

Se obtiene una tintura matizada roja.

15.

25 partes del colorante de la fórmula

20.





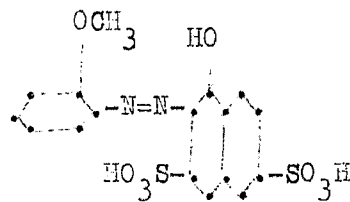
10 B

- 43 -

321603

10 partes del colorante de la fórmula

5.



10.

Se obtiene una tintura con efecto de dos tonos, en la que la lana está teñida de rojo y el algodón está teñido de azul.

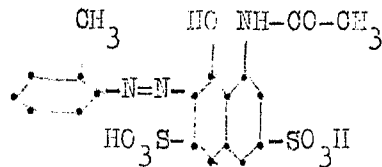
15.

EJEMPLO 6.

Un tejido de seda pura se impregna en un fular y luego se exprime hasta una retención de líquido del 80%. El baño impregnante tiene la composición siguiente

20.

10 partes del colorante de la fórmula



25.



321603

- 30 partes del producto de reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dietanolamina,
- 300 partes de espesamiento acuoso al 5% de ácidos carabínicos esterificados,
5. 200 partes de ácido acético glacial y 460 partes de agua.

Se enrolla el género impregnado, se le envuelve en una hoja de polietileno y se le guarda durante 16 horas a la temperatura ambiente. A continuación se le enjuaga a fondo con agua fría que contiene, por 1000 partes, 1 parte de amoníaco.

Se obtiene una tintura roja, de buenas propiedades de solidez.

15.

EJEMPLO 7.

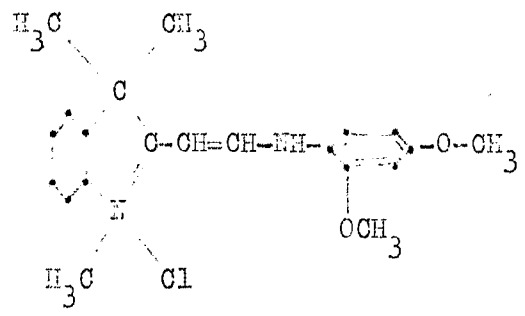
Se impregna en un fular de dos redillos un tejido cuyas fibras están constituidas principalmente por un copolímerizado de acrilonitrilo y acetato de vinilo y se le exprime hasta una retención de líquido del 80% aproximadamente. El baño de fulardeo se compone como sigue:

10 partes del colorante de la fórmula



321603

5.



- 10. 40 partes del producto de la reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dietanolamina,
- 100 partes de espesamiento acuoso al 5% de ácidos carubínicos esterificados,
- 200 partes de ácido fórmico al 35% y
- 15. 650 partes de agua.

Se envuelve en una hoja de polietileno el género impregnado y se le guarda durante 10 horas a la temperatura ambiente. A continuación se le lava en forma neutra en una máquina de lavado amplio, con un baño que contiene, por 1000 partes de agua, 3 partes de solución de amoníaco al 25%, se le enjuaga a fondo y se le seca.

Se obtiene una tintura amarilla viva. En lugar del colorante anterior, puede emplearse también el colorante siguiente:

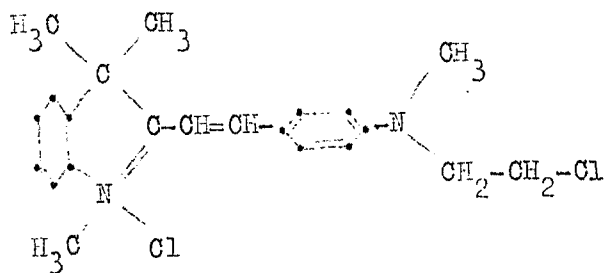
10 EN



- 46 -

321603

5.



rojo

= . =



321603

N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas de patentes suizas N° 366/65 del 11 de enero de 1965 y N°                    del 10 de diciembre de 1965, existiendo

5. en ambas unidades de invención.

1. Mejoras en el objeto de la patente principal N° 293.882, por "Procedimiento para teñir y estampar materiales de estructura fibrosa conteniendo nitrógeno, con preparaciones que

10. contienen un colorante soluble en agua o dispersable en agua y que presentan un contenido de ácido de 4 al 30%, respecta al total de la preparación, a continuación de lo cual el material así tratado se guarda a la temperatura ambiente durante 10 minutos por lo menos y luego se acaba mediante lavado,

20. caracterizadas por el hecho de que las preparaciones están constituidas por un sistema bifásico acuoso originado por agentes coacervantes tensioactivos.

2. Mejoras según la reivindicación 1, caracteri-

25. zadas por el hecho de que el sistema bifásico acuoso es originado por productos de reacción de ácidos grasos de peso molecular alto con oxialquilaminas.

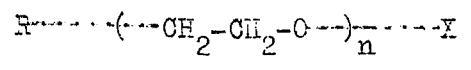


321603

3. Mejoras según la reivindicación 2, caracterizadas por emplearse el producto de la reacción de 1 mol de ácido graso de coco con 2 moles de dietanolamina.

5. 4. Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas en que el sistema bifásico acuoso es originado por compuestos atribuibles a la fórmula

10.



donde

- 15. R representa un radical hidrófobo,
- X representa un átomo de hidrógeno o un grupo hidrosolubilizante y
- n representa un número entero no mayor de 8.

20. 5. Mejoras según la reivindicación 4, caracterizadas por emplearse el producto de la reacción de 1 mol de p-tercinonil-fenol con 5 moles de óxido de etileno.

25. 6. Mejoras según la reivindicación 4, caracterizadas por emplearse sales solubles en agua del éster ácido



10 ENL

321603

de ácido sulfúrico del producto de la reacción de 1 mol de p-tercinonil-fenol con 2 moles de óxido de etileno.

7. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizadas en que el sistema bifásico acuoso se compone de coacervato en el 10% en volumen, por lo menos, del total de la preparación.
8. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizadas en que la acidez de la preparación tintórea está condicionada por un ácido alifático de peso molecular bajo.
9. Mejoras según la reivindicación 8, caracterizadas por emplearse ácido fórmico o ácido acético.
10. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizadas por contener las preparaciones tintóreas, adicionalmente, un agente antiespumante.
11. Mejoras, según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizadas por contener las preparaciones tintóreas, adicionalmente, un agente espesante estable frente a los ácidos.



321603

12. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizadas por emplearse colorantes solubles en agua.

5. 13. Mejoras según la reivindicación 12, caracterizadas por emplearse complejos metálicos solubles en agua de colorantes azoicos que contienen, por 1 átomo de cromo o cobalto, 2 moléculas de colorantes iguales o diferentes.

10. 14. Mejoras según la reivindicación 13, caracterizadas en que los colorantes complejos metálicos deben su solubilidad en agua a la presencia de grupos hidrosolubilizantes ácidos.

15. 15. Mejoras según la reivindicación 13, caracterizadas en que los colorantes complejos metálicos solubles en agua no contienen ningún grupo hidrosolubilizante ácido que esté libre.

20. 16. Mejoras según la reivindicación 12, caracterizadas por emplearse colorantes provistos de grupos de ácido sulfónico.

17. Mejoras según la reivindicación 16, caracterizadas por emplearse colorantes complejos metálicos que contienen



321603

por 1 átomo de metal, 1 molécula de colorante.

18. Mejoras según la reivindicación 16, caracterizadas por emplearse colorantes reactivos.

5.

19. Mejoras según la reivindicación 18, caracterizadas por emplearse colorantes reactivos que contienen un grupo reactivo insaturado etilénicamente.

10. 20. Mejoras según la reivindicación 12, caracterizadas por emplearse colorantes que se metalizan en presencia de un agente donador de metal en el curso del proceso tintóreo.

15. 21. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 20, caracterizadas por tratarse fibras de poliamida sintética.

22. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 20, caracterizadas por tratarse lana.

20. 23. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 20, caracterizadas por tratarse una mezcla fibrosa constituida por fibras de poliamida sintética y por lana.

24. Mejoras según una de las reivindicaciones 1 a 20, caracterizadas por tratarse fibras constituidas principalmente por poliacrilonitrilo.



321603

25. Mejoras en el objeto de la patente principal N° 293.882, por "Procedimiento para teñir y estampar materiales de estructura fibrosa conteniendo nitrógeno."

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 52 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 de enero de 1965.

p. a. **JAIME ISERN**

*Jaime Isern*

Firmado: JOSÉ RODRIGUEZ