

Case 2211/2360\*



328859

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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR Y ESTAMPAR CONTINUAMENTE MATERIAL FIBROSO DE ESTER DE CELULOSA", a favor de la firma suiza J.R. GEIGY, A.G., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para teñir y estampar continuamente material fibroso de éster de celulosa, al baño de color para ello utilizado así como al material fibroso teñido o estampado según este procedimiento.

5. Se ha hallado que el material fibroso de éster de celulosa puede teñirse o estamparse continuamente al impregnar o estampar este material con una solución de por lo menos un colorante y eventualmente un agente auxiliar no ionógeno en una mezcla de disolvente, que consta de:
10. a) 50-99,5% en peso de hidrocarburo eventualmente halogenado,



328859

de punto de ebullición entre 70 y 150°C, y

b) 50-0,5% en peso de un disolvente orgánico de punto de ebullición por debajo de 210°C, miscible en agua,

5. eliminar una parte esencial del baño de color excedente sobre el material y fijar la tinción o el estampado mediante tratamiento del material fibroso tratado a temperaturas por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso.

Hidrocarburos apropiados que hierven entre 70 y 150°C que pueden entrar en consideración como componente (a) de la mezcla de disolventes utilizables según la invención, son por ejemplo: hidrocarburos aromáticos, como tolueno o xileno; sin embargo, las mezclas de disolventes según la definición contienen sobre todo hidrocarburos halogenados, en especial clorados, como clorobenceno, y de preferencia hidrocarburos halogenados alifáticos inferiores, en especial hidrocarburos clorados, por ejemplo clorobenceno y, de preferencia, hidrocarburos halogenados alifáticos inferiores, en especial hidrocarburos clorados, por ejemplo tetracloruro de carbono, tricloroetileno o tetracloroetileno, tetracloroetano o dibromoetileno. También mezclas de tales disolventes pueden utilizarse como componente hidrófobo de las mezclas de disolventes utilizables según la invención.

Como disolvente (b) orgánico de punto de ebullición por debajo de 210°C, miscible en agua, en las mezclas de disolvente a utilizar según la invención, pueden entrar en consideración, por ejemplo: alcoholes alifáticos monovalentes, como

328859



- alcanoles inferiores, por ejemplo metanol, etanol, n-propanol o iso-propanol; éter monoalquílico de alquilenglicol, como éter monometílico o monoetílico de etilenglicol; además, también alcohol furfurílico o tetrahidrofurfurílico, alcoholes alifáticos bivalentes, como etilenglicol, o 1,2-propilenglicol; además, cetonas alifáticas inferiores, como acetona; éteres cíclicos inferiores, como dioxano; amidas de ácidos grasos inferiores, como dimetilformamida o dimetilacetamida; amidas de los ácidos carbónicos, como tetrametilurea, o aminas orgánicas terciarias, como piridina, así como también mezclas de tales disolventes.
- 5.
- 10.

Las amidas de un ácido graso inferior son ventajosas como componente (b) de las mezclas de disolventes según la invención.

15. La composición de las mezclas de disolvente se rige según la solubilidad del colorante o mezclas de colorante a utilizar. Debe procurarse que esté presente una solución clara, homogénea.

20. Como agente auxiliar no ionógeno, que puede estar contenido en los fluidos colorantes según la invención, y que eventualmente tienen una influencia importante sobre la formación de la solidez al roce deseada, homogéneamente distribuida, se eligen en especial éteres poliglicólicos, cuya parte lipófila consta de un radical hidrocarburo alifático superior de aproximadamente 10-20 átomos de carbono, y su cadena polietérica de aproximadamente 4-20 grupos etilenoxi,
25. de preferencia productos de condensación de 1 mol de un alcohol



- graso superior o un ácido graso superior con 4-10 moles de óxido de etileno, como por ejemplo éter penta-, hepta- o decaglicólico laurílico, estearílico u oléico, o bien éter penta-, hepta- o decaglicólico estearoilico o bien oleoilico. Otros
5. emulgentes de éter poliglicólico, por ejemplo aquellos cuya parte lipófila consta de radicales fenílico substituidos con grupos alquílicos superiores, como por ejemplo éter pentaglicólico de nonilfenol o éter tri-(1,2-propilénico) de nonilfenol, o éteres poliglicólicos que muestran nitrógeno básico, por
10. ejemplo también diaminas y poliaminas alquiladas superiores o aciladas superiores, alifáticas, de éter de poliglicol contribuyen en especial a la formación de la solidez al roce homogénea deseada. También se pueden utilizar amidas que muestran por lo menos un radical de ácido monocarboxílico
15. alifático lipófilo con aminas primarias o secundarias, que muestran por lo menos un grupo hidroxialquílico inferior, en especial mono o di-hidroxietilamidas de ácido graso de coco, eventualmente en mezcla con los éteres poliglicólicos citados.

Es ventajoso el éter oleoilpoliglicólico con 4-10

20. grupos de etilenoxi.

De preferencia se utiliza de 0,5 a 3% en peso de agente auxiliar no ionógeno, calculado sobre el peso total del fluido colorante.

Como colorantes utilizables según la invención pueden entrar en consideración los colorantes y las sales de colorantes acuosolubles, en especial, sin embargo, los colorantes de dispersión, que pueden pertenecer a cualquiera de las clases

25.



de colorante. Puede tratarse de azocolorantes exentos de metal y conteniendo metal pesado, en los que también se tiene en cuenta los colorantes de formazan, así como los colorantes de antraquinona, nitro, metina, azametina, estirilo, azoestirilo, naftoperinona, quinoftalona, oxacina, 5-amino-8-hidroxi-1,4-naftoquinona o ftalocianina.

Entre los colorantes acuosolubles apropiados se encuentran en especial los colorantes ácidos para lana de la serie azoica y antraquinónica, que contienen un grupo de ácido sulfónico o de ácido carboxílico. Como colorantes azoicos pueden entrar en consideración los colorantes monoazoicos o disazoicos, ácidos exentos de metal y conteniendo metal pesado; como colorantes azoicos conteniendo metal pesado, en especial exentos de grupos ácidos y básicos acuosolubles, los colorantes monoazoicos conteniendo cromo o cobalto, que contienen enlazado a un átomo de metal dos moléculas de azocolorante. Como colorantes de antraquinona son de citar, sobre todo, los ácidos 1-amino-4-arilamino-antraquinon-2-sulfónicos.

Entre los colorantes de dispersión son ventajosos los colorantes azo, y de antraquinona exentos de metal que no contienen grupos ácidos, formadores de sal.

Como sales de colorante solubles pueden entrar en consideración sales con catión orgánico y anión orgánico, es decir, tanto sales de color con cation de color y anion incoloro, como también sales de color con cation incoloro y anion de color, y sales de color con cation de color y anion de color. La parte de color de esta sal colorante puede

328859



- tomarse de alguna de las clases de colorantes precitadas. Cationes de color ventajosos pertenecen, por ejemplo, a la serie di- y trifenilmetano, rodamina, oxacina, triacina, o se trata además de colorantes azoicos que contienen grupos de
5. amonio cuaternario, en especial ciclamonio. Los aniones de color de tales sales de color son, por ejemplo, los iones de ácidos carboxílicos de colorante o ventajosamente de ácidos sulfónicos de colorante o de colorantes complejos metálicos, que constan de un equivalente de metal pesado de 3 valencias,
10. coordinativo de 6 valencias, particularmente cromo o cobalto, y de 2 equivalentes de complejo metálico biciclo formadores de colorantes, por ejemplo de la clase de los colorantes o,o'-dihidroxi- u o-hidroxi-o'-carboxi-azoico o azometínico. Como tales sales de color son utilizables, por ejemplo, los pro-
15. ductos de precipitación de colorantes di- o trifenilmetánicos o rodamínicos con complejos de cromo o cobalto eventualmente sulfatados de colorantes o,o'-dihidroxi- u o-hidroxi-o'-carboxi-azoicos. Como cationes incoloros pueden entrar en consideración en estas sales los de las aminas orgánicas prima-
20. rias, secundarias o terciarias de las series alifática, cicloalifática, aralifática, aromática o heterocíclica, o de aminas cíclicas. Como aniones incoloros en sales de cationes de color son de citar sobre todo los radicales de ácidos orgánicos, en especial de ácidos sulfónicos aromáticos, por ejemplo aniones de ácidos alquil-alcoxi-bencen-sulfónicos.
- 25.

La solución de colorante a utilizar según la invención contiene, de preferencia, según la profundidad de color

328859



deseado, de 0,1 a 10% en peso de uno o varios de los colorantes citados.

Cuando se requiere, los baños de colorante pueden asimismo ser espesantes, con ventaja aquellos que son solubles en las mezclas de disolvente definidas, por ejemplo espesantes a base de éster de celulosa o de éster polivinílico.

5.

Como material fibroso de éster de celulosa pueden entrar en consideración, de preferencia, los de triacetato y en especial 2.1/2-acetato de celulosa. El material fibroso citado puede teñirse según la invención en cualquier forma, por ejemplo en forma de copos, peinado, hilados o, de preferencia, tejidos.

10.

La impregnación del material fibroso de éster de celulosa se efectúa, por ejemplo, mediante estampado o rociado, de preferencia, sin embargo, mediante fulardeado. En este último caso, el material fibroso se conduce, con ventaja, a temperatura ambiente continuamente por la solución de colorante y luego se le exprime del contenido deseado de solución de impregnación, desde aproximadamente el 30 al 150% en peso (calculado sobre el peso del género). A continuación se elimina la mayor parte del disolvente que permanece en el material fibroso, bajo condiciones suaves, a 40-80°C, ventajosamente en una corriente de aire seca, caliente. La fijación del colorante sobre el material fibroso todavía húmedo o eventualmente ya seco, liberado del fluido de color excedente, se efectúa mediante gaseado a temperaturas de aproximadamente 100 a 103°C, o mediante tratamiento seco (llamado de termofijación) a tem-

15.

20.

25.

328859



peraturas de por lo menos 185°C, pero por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso. Para la termofijación son apropiados: el calor por contacto, un tratamiento con corriente alterna de alta frecuencia o radiación por infrarrojos.

5. Sin embargo, la fijación del colorante se realiza de preferencia sobre el material fibroso, en una corriente de aire caliente a 100-230°C, en especial a una temperatura de 170-220°C, de preferencia 185-220°C.

10. El tiempo de permanencia del género a teñir en la solución de colorante, el secado del género impregnado y la duración y temperatura del termotratamiento seco con el fin de fijar el colorante sobre la fibra, dependen de la composición de la mezcla disolvente. Las condiciones o bien operaciones citadas se afinan entre sí de modo que se hinche la fibra lo suficiente para la fijación del colorante y, sin embargo, no se realice ningún perjuicio comprobable de las fibras. Las condiciones apropiadas para un dispositivo dado, se averiguan fácilmente en ensayo previo.

15. En la utilización de una solución de colorante, que contiene como mezcla de disolvente, por ejemplo, el 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de metanol o 95% en peso de tetracloruro de etileno y 5% en peso de dimetilacetamida, el tiempo de permanencia del material fibroso de éster de celulosa en la solución de colorante asciende, de preferencia, a 1-4 segundos; la duración de la termofijación en corriente de aire de 170-220°C, asciende, de preferencia, a 10-120 segundos.

328859



La mezcla de disolventes que permite una tinción cuidadosa de las fibras de tejidos de 2.1/2-acetato de celulosa dedicados, y sobre este material fibroso tinciones de solidez a la fricción buena y homogénea, dependen de la zona o posición de la trayectoria de las fibras, que son sometidas a un desgaste de fricción, y al tacto blando dado, constan, por ejemplo, de una mezcla de:

5. (a) por lo menos un hidrocarburo eventualmente halogenado, de punto de ebullición entre 70 y 150°C, de preferencia un hidrocarburo alifático inferior clorado, como tetracloroetileno, pero también tricloroetileno,
10. (b) por lo menos un disolvente orgánico miscible en agua, de punto de fusión por debajo de 210°C, de preferencia una amida o alquilamida o bien dialquilamida de un ácido graso inferior, en especial dimetilacetamida,
15. en donde la proporción de peso de (b) : (a) se halla en la zona de 1:200 hasta 1:9 a lo sumo,
20. (c) por lo menos 0,1% en peso, calculado sobre el peso total del fluido colorante, de un agente auxiliar no ionógeno, en especial un éter poliglicólico que muestra un radical lipófilo, y
25. (d) colorante disuelto.

Se alcanza tacto mejorado mediante restricción de la dosis utilizada del componente (b) a aproximadamente 3 a 5%

328859



en peso, calculado sobre el peso total del fluido colorante.

- Según el procedimiento de acuerdo con la invención, se pueden teñir en especial fibras de 2.1/2-acetato de celulosa en tonos de color muy profundos, en donde estas fibras
5. conservan sorprendentemente su tacto sedoso, mientras pierden ampliamente el tacto característico tras la forma de teñir tradicional con baños de color o bien de fulardeo acuosos. En la utilización de colorantes de dispersión, una ventaja ulterior del nuevo procedimiento, frente a los métodos de teñido
10. previamente conocidos, consiste en que para la preparación de las soluciones de colorante según la definición pueden utilizarse directamente los colorantes que atacan directamente, mientras que la tinción en dispersiones acuosas requiere colorantes finamente divididos, que pueden prepararse mediante
15. operaciones de molido, largas y penosas, con dispersantes apropiados.

- Puesto que en la realización técnica del procedimiento se recupera el disolvente utilizado y se lleva de nuevo a procedimiento de teñido, desaparece, en contraposición al
20. procedimiento previamente conocido, el problema de la purificación de las aguas residuales. Además, no se precisa un baño de enjuagado, lo que significa una ventaja ulterior.

- Según el procedimiento de acuerdo con la invención se obtienen sobre el material fibroso citado tinciones uniformes, de color fuerte y sólido, por ejemplo sólidos a la limpieza en seco y al sudor.
- 25.

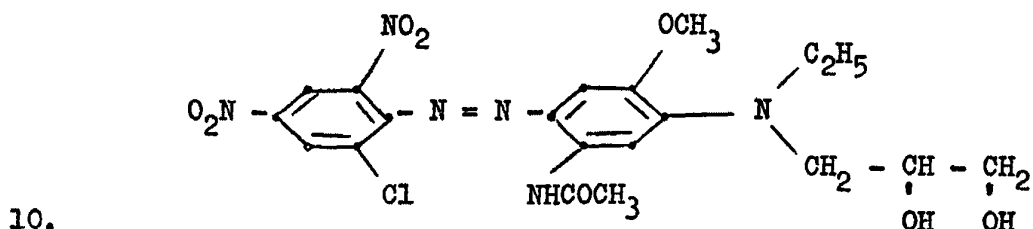
Los ejemplos que siguen ilustran la invención. En



ellos las temperaturas están indicadas en grados celsius.

EJEMPLO 1

5. Se disuelven 10 g del colorante de la fórmula



15. en 1000 g en una mezcla de disolventes que consta de 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de metanol. Luego se clarifica la solución. Con esta solución de colorante clara, teñida de azul intenso, se impregna tejido de 2.1/2-acetato de celulosa a temperatura ambiente, se exprime el baño de color excedente sobre el 100% del peso seco del tejido y el tejido impregnado se seca a 40-80°, en corriente de aire. La tinción se termofija luego, durante 60 segundos, en rayos infrarrojos a 180-210°.

20. Se obtiene una tinción azul bien desarrollada y uniforme, de color fuerte, con buena solidez al lavado en seco y buena solidez al sudor.

25. Si se utiliza en lugar del colorante citado en el Ejemplo uno de los colorantes indicados en la columna 2 de la siguiente Tabla I, y se procede en forma usual como se expone en el Ejemplo, se obtienen tinciones asimismo bien desa-



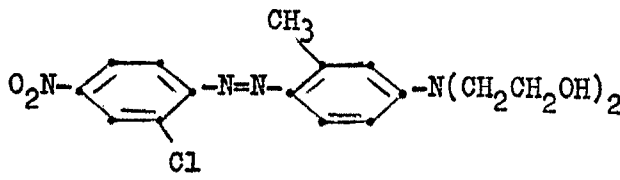
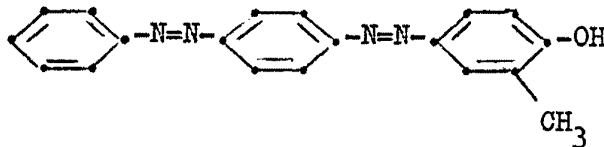
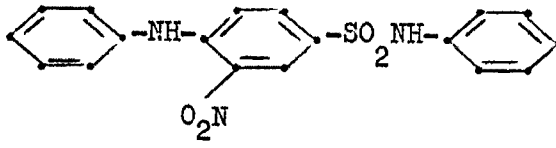
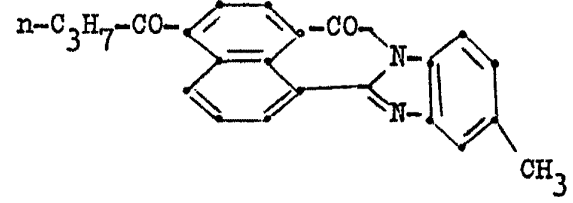
rolladas y uniformes, de color fuerte, sobre 2.1/2-acetato de celulosa en los tonos de color indicados en la columna 3.

T A B L A I

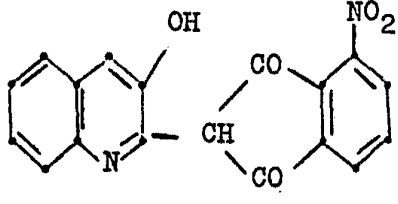
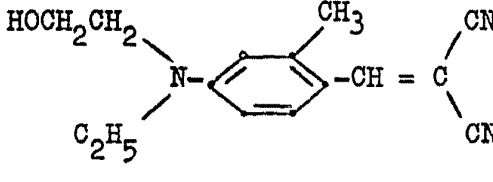
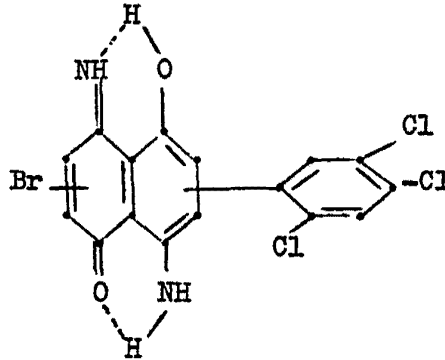
Ejem plo nº	Colorante	Tono de color sobre 2.1/2- acetato de ce lulosa
2		amarillo verdoso
3		anaranjado amarillento
4		anaranjado
5		escarlata

323859



Ejemplo nº	Colorante	Tono de color sobre 2.1/2-acetato de celulosa
6		rubí
7		amarillo rojizo
8		amarillo
9		amarillo verdoso

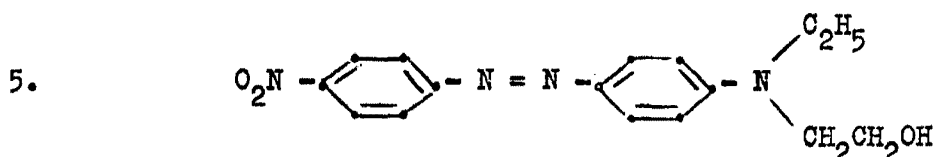


Ejem- plo nº	Colorante	Tono de color sobre 2.1/2- acetato de celulosa
10		amarillo
11		amarillo verdoso
12		azul



EJEMPLO 13

12 g de colorante de la fórmula



10. se disuelven en 1000 g de una mezcla de disolvente que consta de 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de metanol. Con esta solución de color clarificada, teñida de rojo intenso, se impregna tejido de triacetato de celulosa y se seca, tal como se describe en el Ejemplo 1. (El efecto de exprimido asciende aproximadamente al 50%). Luego se termofija el tejido impregnado y seco, a 220°, en una corriente de aire caliente durante 90 segundos.
- 15.

Se obtiene una tinción rojo escarlata, bien desarrollada y uniforme, con buena solidez al lavado en seco.

20. Si se utiliza en este Ejemplo, en lugar de 10% en peso de metanol, la misma dosis de uno de los disolventes miscibles en agua citados en la columna 2 de la siguiente Tabla II, y se procede en forma usual como se indica en este Ejemplo, se obtienen tinciones asimismo uniformes y bien desarrolladas, de color rojo escarlata, sobre tejido de triacetato de celulosa, con solidez al lavado en seco similarmente buena.



328859

T A B L A II

<u>Ejemplo nº</u>	<u>Disolvente miscible en agua</u>
5.	14 Etanol
	15 Isopropanol
	16 n-Butanol
	17 Eter monometílico de etilenglicol
	18 Alcohol tetrahidrofurfurílico
10.	19 Etilenglicol
	20 1,2-propilenglicol
	21 Dioxano
	22 Acetona
	23 Dimetilformamida
15.	24 Piridina

20. Cuando en los Ejemplos 13 a 24 se utiliza, en lugar de una mezcla de 90% en peso de tricloroetileno, la misma dosis de uno de los hidrocarburos o bien hidrocarburos clorados citados en la columna 2 de la siguiente Tabla III, y por lo demás se procede igual a como se indica en este Ejemplo, se obtienen tinciones rojas bien desarrolladas y asimismo uniformes sobre tejido de triacetato de celulosa.



328859

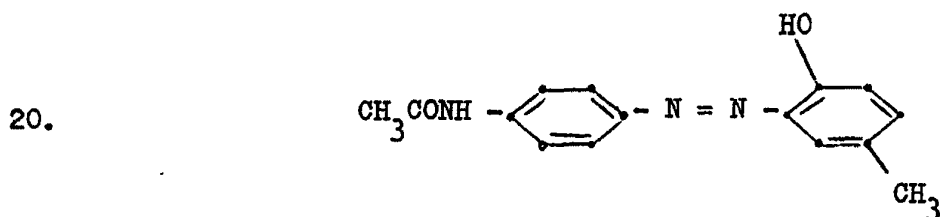
T A B L A III

<u>Ejemplo nº</u>	<u>Hidrocarburo o bien hidrocarburo clorado</u>
5. 25	Tolueno
26	Xileno
27	Tetracloroetileno
28	Tetracloruro de carbono

10. Si se utiliza en los Ejemplos 13 - 28, en lugar de triacetato de celulosa, 2.1/2-acetato de celulosa se obtienen, en la misma forma de trabajo que se ha indicado, asimismo tinciones rojas de color fuerte y bien desarrolladas sobre el material fibroso citado.

15. E J E M P L O 29

Se disuelven 6 g de colorante de la fórmula



25. en 1000 g de una mezcla de disolventes, que consta de 99% en peso de tricloroetileno y 1% en peso de dimetilformamida, y se clarifica la solución. Con esta solución de color clara amarilla, se impregna y se seca tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, como se indica en el Ejemplo 1. Luego la tinción



se termofija a 190°, durante 9 minutos, en una corriente de aire caliente. Se obtiene una tinción amarilla bien desarrollada y uniforme sobre el citado material.

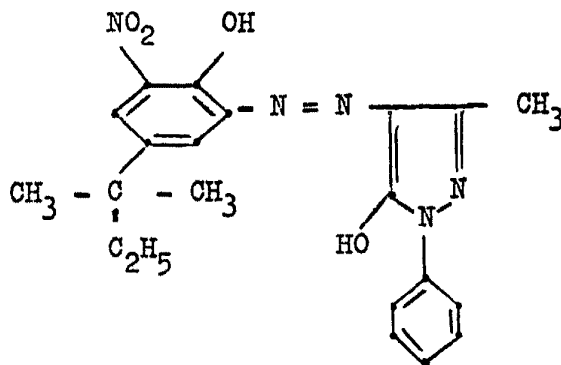
- 5. Cuando se realiza la termofijación, en lugar de con ayuda de una corriente de aire caliente, mediante tratamiento con corriente alterna de alta frecuencia o mediante radiación con infrarrojos o mediante calor por contacto y se procede como usualmente tal como se indica en el Ejemplo, se obtienen igualmente tinciones uniformes y bien desarrolladas, amarillas, sobre el citado material.
- 10.

E J E M P L O 30

10 g del complejo de cromo 1:2 del colorante azoico de la fórmula

15.

20.



25.

se disuelven en 1000 g de una mezcla de disolventes que consta de 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de metanol, y se clarifica la solución. Con esta solución de color clara

328859



roja se impregna y seca tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, tal como se describe en el Ejemplo 1. Luego la tinción se termofija a 200°, durante 90 segundos, en una corriente de aire caliente. Se obtiene una tinción roja bien desarrollada y uniforme, de color fuerte, con buena solidez al sudor.

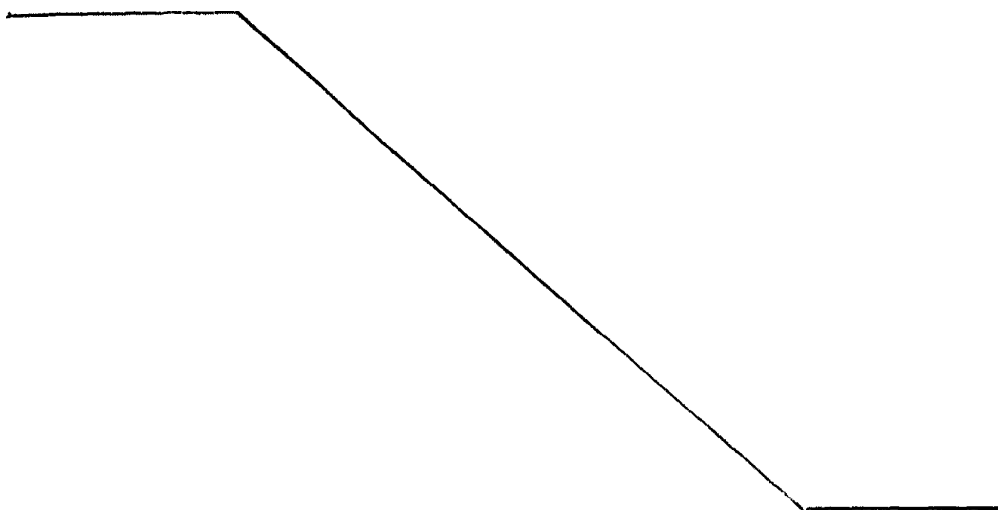
5.

Si se utiliza, en lugar de tricloroetileno, igual dosis de una mezcla de tricloroetileno y xileno, en la proporción de peso de 1:1, o en lugar de metanol la misma dosis de un metanol y dimetilformamida en proporción de peso de 9:1, se obtienen, en la misma forma de trabajo indicada en el Ejemplo, resultados similares.

10.

Si se utiliza, en lugar del colorante citado en este Ejemplo, uno de los colorantes indicados en la columna 2 de la siguiente Tabla IV y se procede usualmente como se expone en el Ejemplo, se obtienen tinciones homogéneas y bien desarrolladas, igualmente fuertes de color, sobre 2.1/2-acetato de celulosa, en los tonos de color indicados en la columna 3.

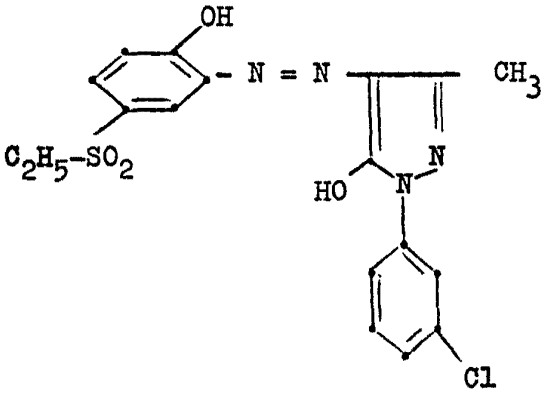
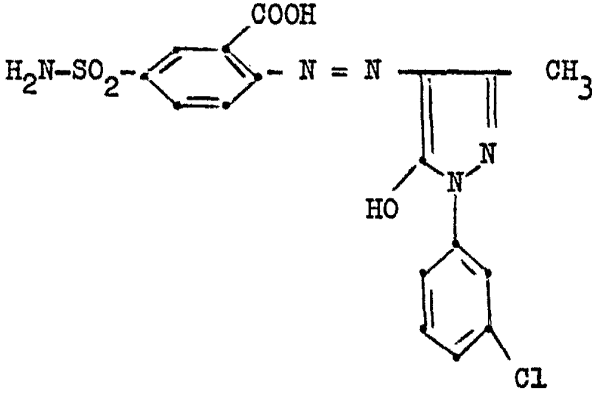
15.





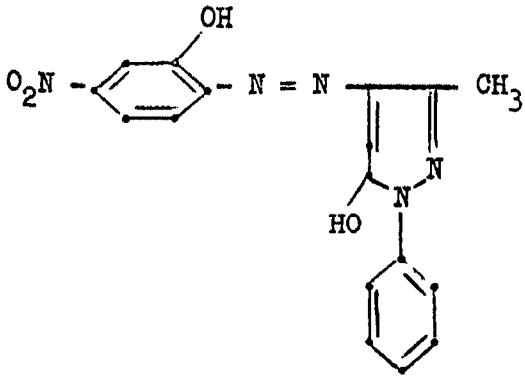
328859

T A B L A IV

Ejem- plo nº	Colorante	Tono de color sobre 2.1/2- acetato de celulosa
31	<p data-bbox="389 741 999 770">Complejo de cobalto 1:2 del compuesto</p> 	pardo- amarillento
32	<p data-bbox="392 1270 967 1299">Complejo de cromo 1:2 del compuesto</p> 	amarillo

328859



Ejem- plo nº	Colorante	Tono de color sobre 2.1/2- acetato de celulosa
33	<p data-bbox="384 797 959 835">Complejo de cromo 1:2 del compuesto</p> 	rojo pardusco

Si se utiliza en los Ejemplos 30 a 33, en lugar de 2.1/2-acetato de celulosa, triacetato de celulosa se obtienen, en forma de trabajo usualmente igual a la indicada, tinciones asimismo bien desarrolladas y fuertes de color sobre el material fibroso citado.

5.

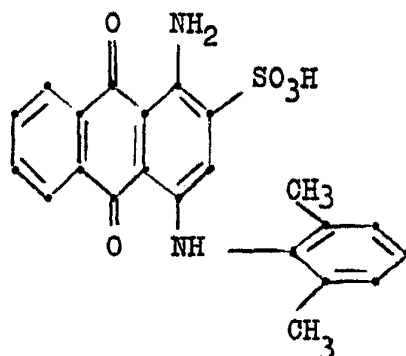
EJEMPLO 34

Se disuelven 8 g de colorante de la fórmula

328859



5.



10.

en 1000 g de una mezcla de disolvente que consta de 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de dioxano, y se clarifica la solución. Con esta solución de color clara, teñida de azul intenso, se impregna tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, como se indica en el Ejemplo 1, y a continuación se seca. El efecto de exprimido asciende aproximadamente al 80%. El tejido impregnado y seco se termofija luego durante 90 segundos a 200°, en una corriente de aire caliente.

15.

Se obtiene sobre el citado material fibroso una tinción azul, bien desarrollada y homogénea, fuerte en color, con buena solidez al lavado en seco.

20.

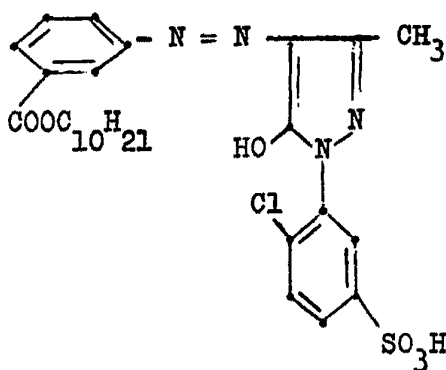
E J E M P L O 35

Se disuelven 40 g de colorante de la fórmula

328859



5.



10.

en 1000 g de una mezcla de disolvente que consta de 80% en peso de tricloroetileno y 20% en peso de metanol, y se clarifica la solución. Con esta solución de color, amarilla y clara, se impregna tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, tal como se describe en el Ejemplo 1, y a continuación se seca.

15.

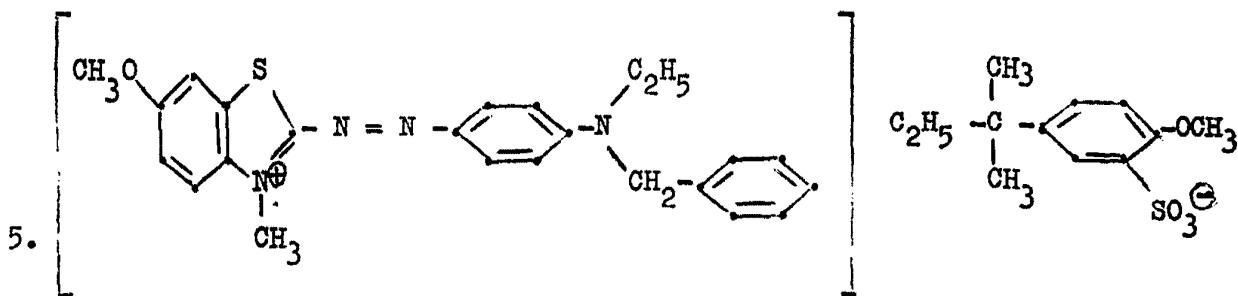
El tejido impregnado y seco se termofija durante 60 segundos a 190°, en una corriente de aire caliente.

Se obtiene una tinción amarilla bien desarrollada y homogénea, fuerte en color, sobre el citado material.

E J E M P L O 36

20.

10 g de la sal de color de la fórmula



10. se disuelven en 100 g de metanol y se trata con 900 g de tricloroetileno, y la solución obtenida se clarifica. Con la solución de color azul, clara, se impregna tejido de 2.1/2-ace-  
tato de celulosa, como se describe en el Ejemplo 1, y a con-  
tinuación se seca. El tejido impregnado y seco se termofija  
luego a 180° durante 40 minutos, en una corriente de aire ca-  
liente.

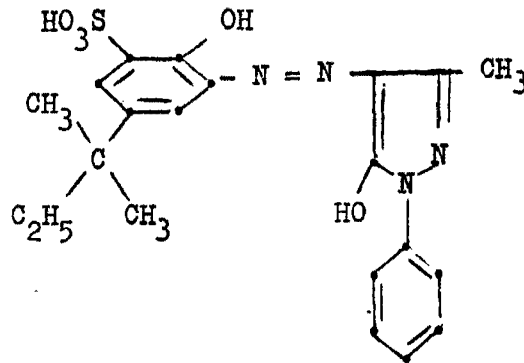
15. Se obtiene una tinción azul, bien desarrollada y homogénea, fuerte en color sobre el material citado.

E J E M P L O 37

20. Se disuelven 10 g de la sal de color, que se obtiene mediante precipitación de una solución acuosa de la sal sódica del complejo de cromo del compuesto de la fórmula



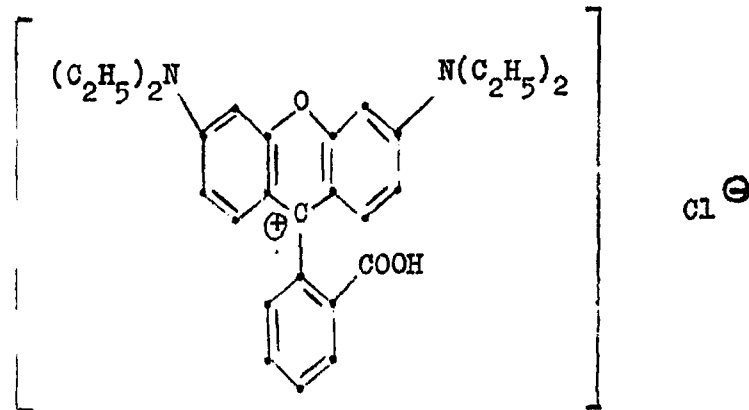
5.



10.

con el colorante básico de la fórmula

15.



20.

en 1000 g de una mezcla de disolvente que consta de 50% en peso de tricloroetileno y 50% en peso de etanol, se clarifica la solución rojo-azulada y se impregna con ésta, como se describe en el Ejemplo 1, un tejido de 2.1/2-acetato de celulosa. A continuación se efectúa el secado del tejido y

25.

termofijación, como se indica en el Ejemplo anterior.

Se obtiene una tinción roja-azulada uniforme sobre el material citado.

328859



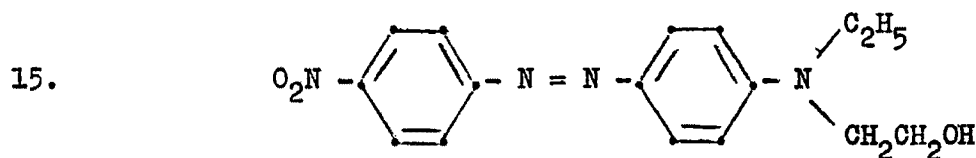
Se obtienen resultados similares al proceder análogamente sobre triacetato de celulosa.

Si se utiliza en este Ejemplo, en lugar de la sal de color indicada, la dosis correspondiente del producto de precipitación del mismo colorante básico con el complejo de cobalto 1:2 de amida del ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4-sulfónico  $\longrightarrow$  1-fenil-3-metilpirazolona y se procede en forma usual, como se indica en el Ejemplo, se obtienen tinciones escarlatas con las mismas propiedades.

10.

E J E M P L O 38

5 g del colorante de la fórmula



se disuelven en 995 g de una mezcla de disolvente, que consta de 955 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 10 g del producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (proporción molar unos 1:7,5). La solución de color teñida de rojo intenso se clarifica en primer lugar. Luego se impregna con ella tejido de 2.1/2-acetato de celulosa a temperatura ambiente, el baño de color excedente se exprime sobre el 100% del peso seco del género y el tejido impregnado se seca a 40-80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego durante 100 segundos, a 190-210°, en una lámpara

20.

25.



de rayos infrarrojos.

Se obtiene una tinción roja homogénea y bien desarrollada, fuerte en color con buena solidez al lavado en seco, buena solidez al sudor y solidez a la fricción característica, uniforme.

5.

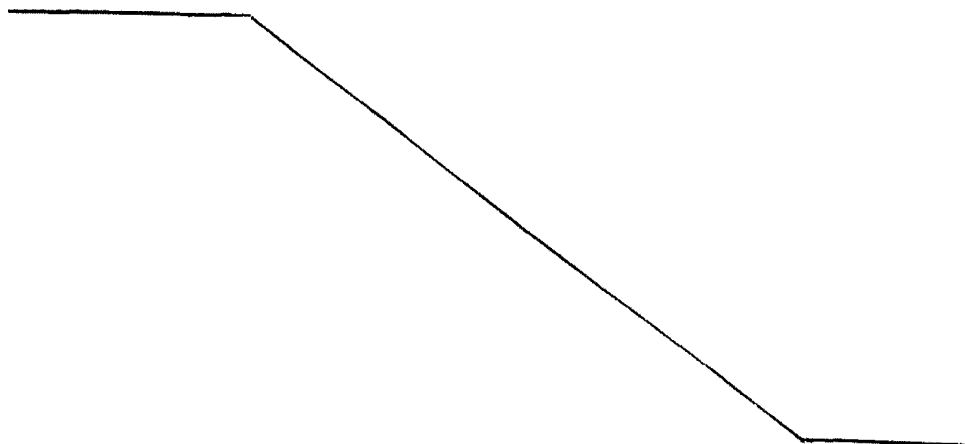
Del mismo se obtienen tinciones satisfactorias, con tacto fácilmente mejorado, al vaporizar el género durante 20 minutos a 100° con vapor saturado en lugar de termofijarlo.

10.

También puede vaporizarse el género semiseco en el aire, tras exprimirlo, con resultados similarmente buenos.

Si se utiliza en este Ejemplo, en lugar de 30 g de dimetilacetamida, uno de los disolventes miscibles en agua, citados en la columna 2 de la siguiente Tabla V, en las dosis indicadas en la columna III, y se procede usualmente a como se indica en el Ejemplo 38, se obtienen tinciones asimismo homogéneas y bien desarrolladas rojo-escarlata, sobre tejido de 2.1/2-acetato de celulosa con solidez similarmente buena.

15.





T A B L A V

Ejem- plo nº	Disolvente miscible en agua	Dosis (en gramos)
5.	39 Etanol	100
	40 Alcohol bencílico	100
	41 n-Butanol	80
	42 Eter monometílico de etilenglicol	90
	43 Alcohol tetrahidrofurfurílico	90
10.	44 Etilenglicol	50
	45 1,2-Propilenglicol	60
	46 Dioxano	100
	47 Acetona	100
15.	48 Dimetilformamida	30
	49 Piridina	50

20. Si se utiliza en estos Ejemplos 38 a 49, en lugar de 955 g de tetracloroetileno, la misma dosis de uno de los hidrocarburos o bien hidrocarburos clorados citados en la columna 2 de la siguiente Tabla VI, y por lo demás se procede igual a como se especifica en el Ejemplo 38, se obtienen tinciones rojas asimismo uniformes y bien desarrolladas sobre tejido de 2.1/2-acetato de celulosa.

328859



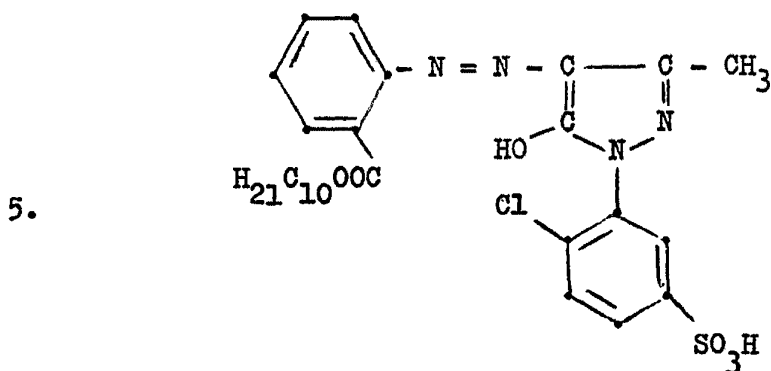
T A B L A VI

Ejem- plo nº	Hidrocarburo o bien hidrocarburo clorado
50	Tolueno
51	Xileno
52	Tricloroetileno
53	Tetracloruro de carbono

15. Si se utiliza en los Ejemplos 38-53, en lugar de 2.1/2-acetato de celulosa, el triacetato de celulosa se obtienen, en forma de trabajo usualmente igual a como se indica, tinciones rojas asimismo bien desarrolladas y fuertes en color sobre el material fibroso citado.

E J E M P L O 54

20. Se disuelven 10 g de colorante de la fórmula

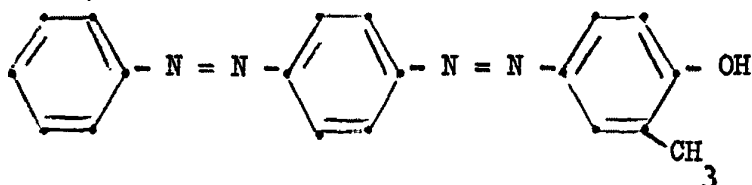


10. en 1000 g de una mezcla de disolvente que consta de 950 partes en peso de tetracloroetileno, 30 partes en peso de dimetilacetamida y 10 partes en peso del poliéter utilizado en el Ejemplo 38, y se clarifica la solución. Con la solución de color amarilla, clara, obtenida se impregna tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, como se describe en el Ejemplo

15. 38, y a continuación se seca. El tejido impregnado y seco se termofija luego, durante 120 segundos a 190°, en una corriente de aire caliente, o todavía húmedo se vaporiza durante 20 minutos con vapor ligeramente recalentado de 102°.

20. Se obtiene una tinción amarilla homogénea y bien desarrollada, fuerte en color, de buena solidez a la fricción, al lavado y al sudor sobre el material citado.

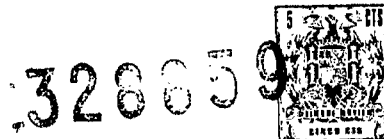
25. Tinciones amarillas asimismo satisfactorias, con propiedades de solidez similarmente buenas, se obtienen al repetir el Ejemplo 54 anterior, en donde en 1000 gramos del líquido de color, en lugar de 10 gramos del colorante citado, se utilizan 5 gramos del colorante de la fórmula



5. Si se utiliza en el Ejemplo 54, en lugar de 30 partes en peso de dimetilacetamida, uno de los disolventes miscibles en agua citados en la columna 2 de la Tabla V, descrita precedentemente, en las dosis indicadas en la columna 3 de la misma Tabla, y se procede usualmente a como se describe en
10. el Ejemplo 54, se obtienen asimismo tinciones amarillas uniformes y bien desarrolladas, sobre tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, con propiedades de solidez similarmente buenas.
- Si se utiliza en el Ejemplo 54, en lugar de 950 partes en peso de tetracloroetileno, la misma dosis de uno de
15. los hidrocarburos o bien hidrocarburos clorados citados en la Tabla VI anteriormente indicada, y por lo demás se procede igual a como se indica en el Ejemplo 54, se obtienen tinciones amarillas asimismo uniformes y bien desarrolladas, sobre tejido de 2.1/2-acetato de celulosa y también sobre tejidos de
20. triacetato de celulosa.

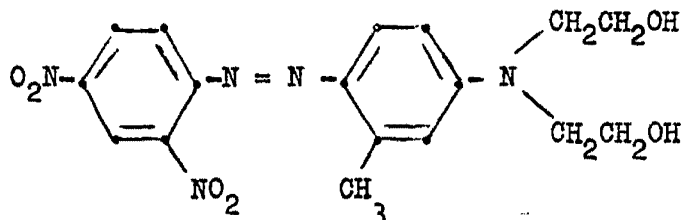
E J E M P L O 55

25. En una mezcla de disolvente, que consta de 960 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 10 g de un producto de condensación de ácido oléico-óxido de etileno (proporción molar aproximadamente 1:7,5), se disuelven a



temperatura ambiente 10 g del colorante de la fórmula

5.



10.

Con esta solución de colorante teñido de violeta se impregna tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, el baño de color excedente se exprime sobre 100% del peso seco del género y el tejido impregnado se seca a 40-80°, en corriente de aire. Se termofija luego la tinción en corriente de aire caliente, durante 120 segundos, a 190°.

15.

Se obtiene de esta forma una tinción violeta homogénea, de buena solidez a la fricción, al sudor y al lavado en seco.

20.

Si se utiliza en lugar del colorante citado en el Ejemplo anterior, uno de los colorantes indicados en la columna 2 de la siguiente Tabla VII, y se procede usualmente a como se describe en el Ejemplo, se obtienen tinciones asimismo homogéneas, fuertes en color, con propiedades igualmente buenas, cuyos tonos de color se indican en la última columna de la Tabla.

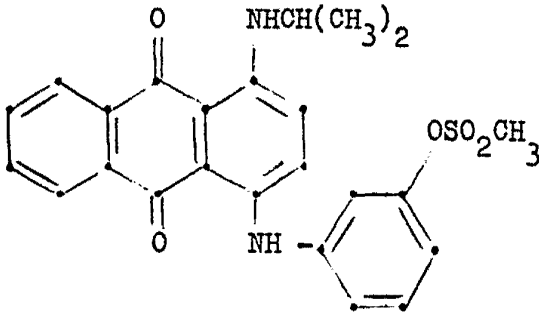
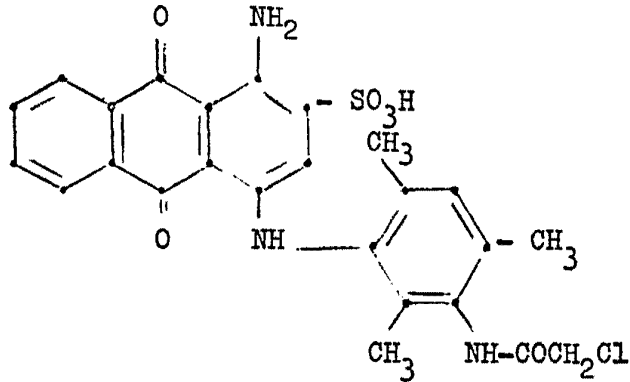


T A B L A VII

Ejem- plo nº	Colorante	Tono de color sobre 2.1/2- acetato de celulosa
56		amarillo verdoso
57		anaranjado amarillento
58		escarlata

328859



Ejem- plo nº	Colorante	Tono de color sobre 2.1/2- acetato de celulosa
59	 <chem>CN(C)C(=O)c1c2c(c(=O)c1c3ccccc32)Nc4ccc(OS(=O)(=O)C)cc4</chem>	azul
60	 <chem>NC(=O)c1c2c(c(=O)c1c3ccccc32)Nc4cc(C)cc(S(=O)(=O)O)c4NC(=O)CCl</chem>	azul

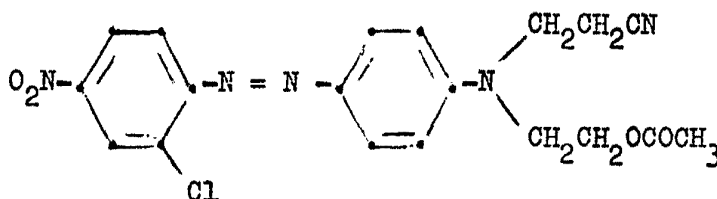
328859



EJEMPLO 61

Se disuelven 15 g del colorante de la fórmula

5.



10.

en 1000 g de una mezcla de disolvente, que consta de 960 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida y que contiene 10 g de un producto de condensación de alcohol estearílico-  
-óxido etilénico (proporción molar 1:5), se filtra la solución y se impregna con el filtrado obtenido, a temperatura ambiente,

15.

2.1/2-acetato de celulosa. El baño de colorante excedente se exprime sobre aproximadamente el 80% del peso seco del género. Luego el tejido impregnado se seca a 40-50° y se termofija a 200°, durante 90 segundos, en corriente de aire caliente.

20.

Se obtiene así una tinción anaranjada, homogénea y sólida al roce, fuerte en color.

Si se substituyen en este Ejemplo los 10 gramos del producto de condensación de alcohol estearílico y óxido etilénico (proporción molar 1:5) por

25.

a) 10 gramos de un producto de condensación de alcohol estearílico y óxido etilénico (proporción molar 1:10),



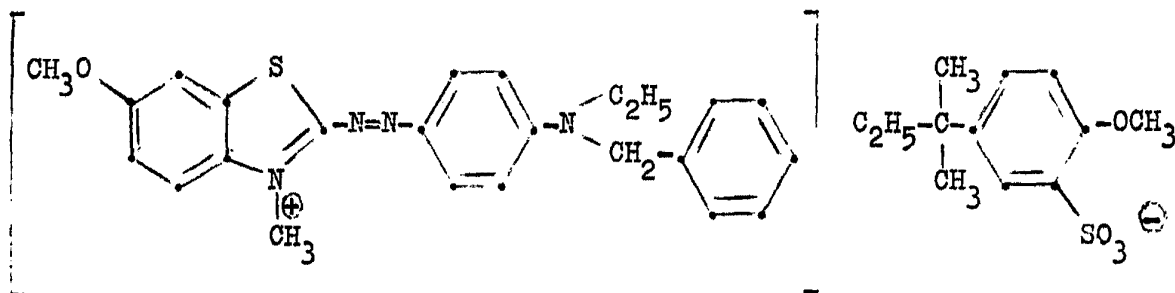
328859

- b) 20 gramos de un producto de condensación de oleilalcohol y óxido etilénico (proporción molar 1:5),
- c) 5 gramos de un producto de condensación de oleilalcohol y óxido etilénico (proporción molar 1:10),
5. d) 10 gramos de un producto de condensación de "Lorol" y óxido de etileno (proporción molar 1:5),
- e) 10 gramos de un producto de condensación de "Lorol" y óxido de etileno (proporción molar 1:10),
10. f) 10 gramos de un producto de condensación de p-nonilfenol y óxido de etileno (proporción molar 1:9),
- g) 10 gramos de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (proporción molar 1:10), o bien
15. h) 10 gramos de un producto de condensación de ácido esteárico y óxido de etileno (proporción molar 1:7),
- y se procede usualmente como se indica en el Ejemplo, se
20. obtienen tinciones anaranjadas con propiedades similarmente buenas.

E J E M P L O 62

10 gramos de la sal de color de la fórmula

328859



5.

se disuelven en 1000 gramos de una mezcla de disolvente, que consta de 890 gramos de tricloroetileno y 100 gramos de alcohol metílico y que contiene 10 gramos de un producto de condensación de ácido oléico y óxido etilénico (proporción

10.

molar 1:7,5). Con la solución de color clara azul se impregna tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el baño de color excedente a aproximadamente el 80% del peso seco y se seca el tejido a 60-80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego, durante 10 segundos, mediante una lámpara

15.

de infrarrojos a 190-220°.

Se obtiene una tinción azul homogénea, fuerte en color, con buena solidez al lavado en seco y solidez característica a la fricción.

20.

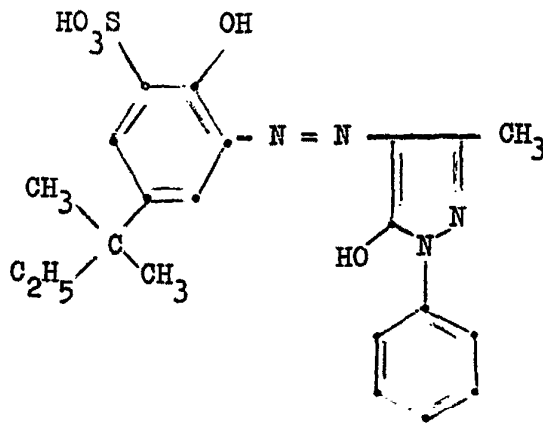
### EJEMPLO 63

Se disuelven 10 gramos de la sal de color, que se obtiene mediante precipitación de una solución acuosa de la sal sódica del complejo de cromo del compuesto de la fórmula

328859



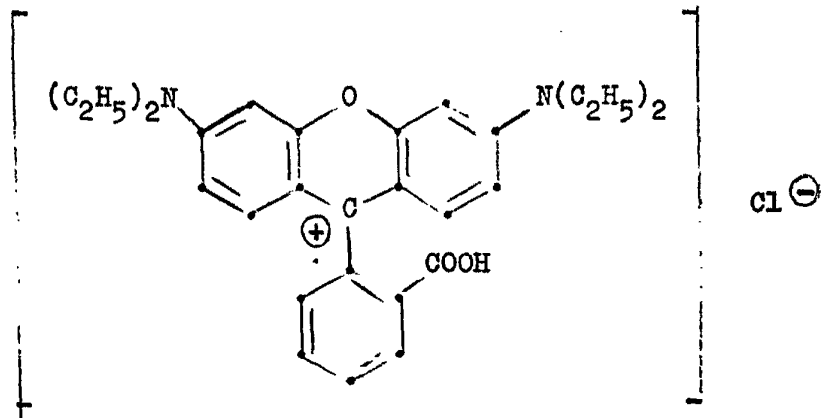
5.



10.

con el colorante básico de la fórmula

15.



20.

25.

en 1000 gramos de una mezcla de disolvente, que consta de 960 gramos de tetracloroetileno y 30 gramos de dimetilacetamida y que contiene 10 gramos de un producto de condensación de ácido oléico y óxido etilénico (proporción molar 1:7,5). Con la solución de color clarificada se impregna tejido de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el baño de color excedente y se seca a 60° en corriente de aire caliente. A con-

328859



tinuación se termofija la tinción durante 120 segundos, a 190-210°, en corriente de aire caliente.

Se obtiene de esta forma una tinción roja-azulada, homogénea, sólida a la fricción.

-----



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas 9639/65 del 9 de Julio de 1965 y 3375/66 del 9 de Marzo de 1966, existiendo en ellas unidad de invención.

5. 1. Procedimiento para teñir y estampar continuamente material fibroso de éster de celulosa, caracterizado porque este material se impregna o estampa con una solución de a lo menos un colorante y eventualmente un agente auxiliar no ionógeno en una mezcla de disolvente, que consta de:
  - (a) 50 - 99,5% en peso de hidrocarburo, eventualmente halogenado, de punto de ebullición entre 70 y 150°C, y
  - (b) 50 - 0,5% en peso de disolvente orgánico, de punto de ebullición por debajo de 210°C, mezclado con agua,
10. 15. una parte substancial del baño de color excedente se elimina del material y la tinción o el estampado de color se fija mediante un termotratamiento del material fibroso tratado, a temperaturas por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso.
20. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza una solución, que consta de:
  - (a) a lo menos un hidruro, eventualmente halogenado, de



punto de ebullición entre 70 y 150°C,

- (b) a lo menos un disolvente orgánico, de punto de ebullición por debajo de 210°C, miscible en agua, en donde la proporción de peso de (b):(a) se halla en la zona
- 5. de 1:200 a 1:9 a lo sumo,
- (c) a lo menos 0,1% en peso, calculado sobre el peso total de la solución, de un agente auxiliar no ionógeno y
- (d) colorante disuelto.

- 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2,
- 10. caracterizado porque como componente (a) se utiliza un hidrocarburo alifático inferior clorado.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque como componente (a), se utiliza tetracloroetileno o tricloroetileno.

- 15. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como componente (b) se utiliza una amida de un ácido graso inferior.

- 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 5, caracterizado porque como componente (b) se utiliza dimetil-
- 20. acetamida.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado porque como componente (c) se utiliza un éster poliglicólico, que consta de un radical de hidrocarburo alifático superior, como partícula lipófila y una cadena de aproximadamente 4 a 20 grupos etilenoxi.

520059



8. Procedimiento según las reivindicaciones 2 a 7, caracterizado porque como componente (c) se utiliza éter oleoilpoliglicólico con 4 a 10 grupos etilenoxi.

5. 9.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se utiliza una mezcla de disolvente que contiene aproximadamente de 3 a 5% en peso, calculado sobre el peso total del flúido de color, en componente (b) y aproximadamente de 0,5 a 3% en peso, calculado sobre el peso total del baño de color, en componente (c).

10. 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se utilizan colorantes en dispersión exentos de metal, de la serie azo y antraquinónica.

15. 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se utilizan colorantes para lana ácidos de la serie azo y antraquinónica, que contienen un grupo de ácido sulfúrico o de ácido carboxílico.

20. 12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se utilizan colorantes monoazoicos conteniendo cromo o cobalto, exentos de grupos ácidos y básicos, acuosolubles, que contienen enlazado en un átomo de metal 2 moléculas de colorante azoico.

25. 13.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se utilizan sales de colorante con catión orgánico y anión orgánico.

328859



14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque el termotratamiento de material fibroso impregnado se realiza en calor seco de a lo menos 185°C hasta por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso.

15. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque se utiliza material fibroso de 1/2-acetato de celulosa-2.

16. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque se utiliza material fibroso de diacetato de celulosa.

17. Procedimiento para teñir y estampar continuamente material fibroso de éster de celulosa.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 43 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 8 de Julio de 1966

JAIME ISERN

Firmado: JOSE RODRIGUEZ