



331302

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR Y ESTAMPAR EN CONTINUO MATERIAL FIBROSO DE ESTERES LINEALES", 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 en continuo, material fibroso o textil de ésteres lineales de alto peso molecular, de ácidos carboxílicos aromáticos con alcoholes poli-funcionales, al baño tintóreo empleado para ello, así como al material textil teñido o bien estampado según este procedimiento.

Los ésteres lineales de elevado peso molecular, de ácidos carboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales, se tiñen, como es sabido, con dispersiones en



- agua de colorantes, bien en baño diluido a la temperatura de ebullición del agua y en presencia de los llamados "carrier" o a temperaturas de 100 hasta 150° C. bajo presión, o bien por impregnación con una dispersión acuosa, espesada, de colorante, secado, termofijación del colorante y lavado inmediato del espesante y del dispersante.
5. Este procedimiento de tintura, sin embargo, adolece de muchas desventajas; por de pronto, el colorante de dispersión debe ser llevado a un estado finamente disperso, lo
10. que obliga a largas operaciones de intensa pulverización en aparatos porfirizadores apropiados y, además, produce grandes cantidades de aguas residuales, que precisan muchas purificaciones.

- De aquí surgió la idea de teñir el material citado
15. por medio de soluciones orgánicas de colorantes. Una proposición consiste en tratar películas de tereftalato de polietilenglicol con una solución o dispersión de colorantes de dispersión en un disolvente orgánico, humectante del tereftalato sobre este material por tratamiento
20. térmico ulterior. Como disolventes se citan: metil-etil-cetona, alcohol bencílico, tolueno, metil-isobutilcetona, anisol, acetato de etilo, ciclohexanona y una mezcla de dimetilacetamida y metiletiletetona.

- Este procedimiento, sin embargo está mal calificado
25. para teñir material textil de tereftalato de polietilenglicol; pues casi siempre se obtienen tinturas bajas y



agrisadas,

Se encontró entonces, un procedimiento que permite la tintura y la estampación continua de material textil a base de ésteros lineales de elevado peso molecular, de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales, especialmente, fibras de tereftalato de plitilenglicol. El nuevo procedimiento consiste en: impregnar o estampar este material con una solución, por lo menos, de un colorante de dispersión en una mezcla de disolventes que consta de:

- a) 50 a 99 por ciento en peso de unhidrocarburo no substituido o halogenado que hierve entre 50 y 150° C y
 - b) 50 a 1 por ciento en peso de un disolvente orgánico líquido, soluble en agua, que hierve por debajo de 220°C.
15. asi como, si es preciso, un espesante, extraer del material una parte importante del exceso de baño tintóreo y fijar la tintura o bien el estampado por medio de un tratamiento térmico ulterior del material elaborado, a temperaturas inferiores al punto de reblandecimiento del
20. material textil.

Con este procedimiento se obtiene, de modo sorprendente, sin jabonado ulterior, tinturas intensas, brillantes y resistentes al frote. Respecto a su brillantez, son comparables a las tinturas obtenidas con los procesos usuales en dispersiones acuosas y respecto a su intensidad, son superiores. De este modo hoy que efectúan las lavas y precisas operaciones de pulveriza-



ción para la fina subdivisión de los colorantes. También pueden ser recuperadas fácilmente las mezclas de disolventes utilizadas según la invención, e incorporarlas de nuevo al proceso de tintura; además, en contraposición a los procesos conocidos anteriormente, no existe el problema de la purificación de aguas residuales, ya que se ahorra el jabonado ulterior, hasta ahora usual, en los baños de enjuague.

- Las mezclas de disolventes hirviendo entre 50 y 150°C que entran en consideración como componentes (a), utilizables según la invención son, por ejemplo, hidrocarburos aromáticos como toluol o xilol; sin embargo, estas mezclas de disolventes contienen, con preferencia, de 50 a 99 por ciento en peso de hidrocarburos y halogenados alifáticos inferiores, particularmente hidrocarburos clorados, por ejemplo, cloroformo, tetracloruro de carbono, tri o tetracloro-etileno ("percloroetileno"), tetracloroetano o dinromoetileno. También mezclas de estos disolventes pueden constituir el componente insoluble en agua de la mezcla de disolventes utilizable según la invención.

- Como "disolventes orgánicos líquidos, acuosolubles, hirviendo por debajo de 220°C (b), se extienden disolventes termoestables que son solubles en agua, no solo en fracciones porcentuales, sino en algunos porcentajes.



Como ejemplos de ellos se han de citar: el alcohol bencílico, ciclohexanona, ciclohexanol, alcohol butílico normal y secundario o la metil-etil-cetona. Se prefiere, no obstante, aquellos disolventes que, según la definición,

5. son miscibles con agua en cualquier proporción.

- Son ejemplos de ellos: alcoholes monovalentes, alifáticos inferiores, por ejemplo, metanol, etanol, y propanol normal o isopropanol; éter alquilenglicol-alquílico, como alquilenglicol-monometílico o monoetílico, además también, alcohol furfurílico o alcohol tetrahydrofurfurílico, o bien alcoholes alifáticos divalentes, como etilenglicol o 1,2-propilenglicol; además, cetonas alifáticas inferiores, como acetona, éteres cíclicos inferiores como dioxano; además, amidas de ácidos grasos
10. inferiores, como dimetilformamida; luego amidas del ácido carbónico como tetrametilurea, o aminas orgánicas terciarias, como piridina, así como mezclas de dichos disolventes.
- 15.

- Se prefieren mezclas de disolventes que constan de:
20. 80 a 90 por ciento en peso de hidrocarburos alifáticos inferiores clorados, que hierven entre 50 y 150° C y de 20 a 1 partes en peso de un disolvente orgánico que hierve por debajo de 220° C y miscible con agua en cualquier proporción; son particularmente apropiadas mezclas de 90
25. por ciento en peso de percloroetileno o de tricloroetileno



y 10 por ciento en peso de metanol o de alcohol tetrahidro-
furfurílico.

5. La composición de la mezcla de disolventes se rige por la solubilidad del colorante o de la mezcla de colorantes a emplear. Es ventajoso utilizar soluciones de colorantes limpiadas y homogéneas.

10. Los colorantes de dispersión utilizables según el invento, pueden pertenecer a cualquier clase de colorantes. Se trata especialmente, de colorantes azoicos, nitrados, de metilo, estirilo, azo-estirilo, nafto-perinónicos y quinostalónicos o de nafto-quinofthalónicos o de nafto-quinonimina.

15. Según la intensidad de color deseada, la solución de colorante a emplear, según la invención, contiene ventajosamente de 0,1 hasta 10 por ciento en peso de uno o varios de los colorantes citados.

20. Si es preciso, la solución colorante a emplear, según la invención, puede contener también $\frac{1}{2}$ espesantes, con preferencia aquellos que son solubles en la mezcla indicada de disolventes, por ejemplo, espesantes a base de ésteres de celulosa o éster polivinílico.

25. La impregnación del material textil, según la definición, se realiza, por ejemplo, por estampación o rociado, pero con preferencia por fulardado. En este último caso, el material se pasa de modo continuo a través de



la solución de colorante y luego, se escurre hasta el contenido deseado de solución impregnante de 30 hasta 50 por ciento en peso aproximadamente (referido al peso del género seco). La parte principal de la mezcla de disol-

5. ventos que permanecen en el material, es eliminada, acto seguido, con preferencia en condiciones ligeras de temperatura, unos 40 a 80° C con ventaja, en una corriente de aire seco, caliente. La fijación del colorante sobre el material textil, liberado del exceso de baño tintóreo,
10. aun húmedo o bien seco, se efectúa por medio de un vaporizado, con preferencia a presión, a unos 130° C, o por un tratamiento con calor seco, a temperatura por lo menos de 180°C, pero por debajo del punto de reblandecimiento del material. Estos dos sistemas de tratamiento térmico pueden aplicarse, también, combinados. No obstante, se prefiere el tratamiento ulterior con calor seco (llamado
15. termofijación). Para ello es apropiado el calor por contacto, un tratamiento con corriente alterna de alta frecuencia o por irradiación infra-roja; es conveniente, empero, realizar la fijación del colorante sobre el material textil, dentro de una
20. corriente de aire calentado de 180 hasta 230°, siendo preferibles temperaturas de 200 a 220°C.

Con el procedimiento según la invención, se obtienen, sobre el material citado, tinturas uniformes, intensas y sólidas, por ejemplo, al lavado en seco, al sudor y al frote.

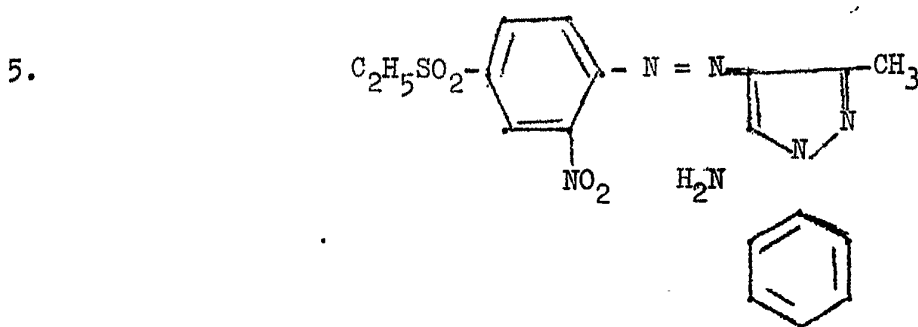
25. Ilustran la invención los siguientes ejemplos. En



ellos las temperaturas se expresan en grados Celsius.

EJEMPLO 1

10 g del colorante de la fórmula



- se disuelven en 1000 g de una mezcla de disolventes que consta de 90 por ciento en peso de percloroetileno y 10 por ciento en peso de metanol. La solución se clarifica filtrándola. En esta solución límpida,
15. amarilla del colorante se impregna, a temperatura ambiente, tejido de tereftalato de polietilenglicol, se escurre el tejido impregnado hasta cerca de un 100% de contenido de solución (referido al peso en seco del género), y se seca a 40-80°. Después, el
20. tejido tratado y seco se somete durante 3 minutos a un termofijado a 220°C.

Se obtiene una tintura de color amarillo oro intenso, uniforme, viva y bien desarrollada.



Sustituyendo en la mezcla de disolventes anterior, el percloroetileno por iguales cantidades de toluol o de dibromoetileno, se obtienen tinturas de calidad similar.

5. Si en la mezcla anterior de disolventes, el percloroetileno y el metanol se emplean en la proporción en peso 80:20 en lugar de 90:10, con el mismo sistema operatorio, se obtienen parecidos resultados.

- Si en lugar del colorante citado en el ejemplo,
10. se utiliza uno de los colorantes dados en la adjunta Tabla I, columna 2 y se procede como en el ejemplo indicado, se obtienen, asimismo, tinturas intensas, uniformes y bien desarrolladas sobre tereftalato polietilenglicólico, en los matices que indica la columna 3 de dicha tabla.
- 15.



TABLA I

Ejemplo Nº	Colorante	Matiz sobre tereftalato de poli-eti- len-glicol
5.	2	azul
	3	rojo
10:		
	4	rojo azulado
15.		
	5	violeta
15.		
	6	violeta
20.		
	7	azul
25.		
	8	verde

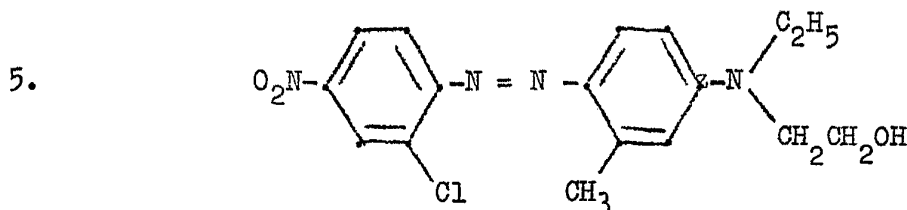


Ejemplo Nº	Colorante	Matiz sobre tereftalato de poli-etil- en-glicol	
5.	9		amarillo rojizo
	10		anaranjado
10.	11		amarillo
	12		amarillo rojizo
15.	13		amarillo
	14		amarillo verdoso
20.	15		azul
25.	16		amarillo verdoso



EJEMPLO 17

Se disuelven 5 de colorante de la fórmula



10. en 100 g de una mezcla de disolventes formada por 85 por ciento en peso de tricloroetileno y 15 por ciento en peso de metanol. Una vez filtrada la solución, se impregna y seca un tejido de tereftalato de polietilenglicol, como se ha descrito en el ejemplo 1. Después de esto se efectúa la termofijación del tejido tratado, durante 90 segundos a 200°C.

15. Se obtiene una tintura de color rojo intenso, uniforme y bien desarrollada.

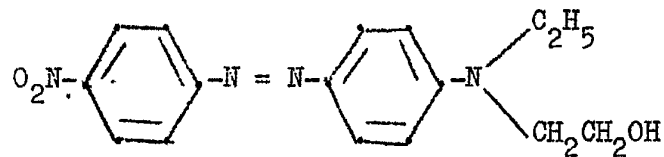
20. Si en vez de 85 partes en peso de tricloroetileno, la misma cantidad de percloroetileno y/o en lugar de 15 partes en peso de metanol, la misma cantidad de alcohol bencílico y se procede, por lo demás, como en el ejemplo dado, se obtienen resultados análogos.



Si el tejido impregnado y seco no se termofija, sino que se vaporiza a 130° bajo presión durante 10 minutos, se obtienen, análogamente, buenos resultados.

EJEMPLO 18

5. 7 g del colorante de la fórmula



10. se disuelven en 1000 g de una mezcla de disolventes que contienen 90 por ciento en peso de cloroformo y 10 por ciento en peso de etanol, y esta solución se filtra. Con la solución roja, límpida, se impregna y seca un tejido de tereftalato de polietilenglicol,
15. como se ha descrito en el ejemplo 1. El material tratado se termofija después a 190° durante 5 minutos.

Se obtiene una tintura roja intensa y uniforme.

20. Empleando en vez de cloroformo igual cantidad de tricloroetileno, percloroetileno y/o, en lugar de etanol, la misma cantidad de metanol, alcohol tetrahidrofurfúriclico, isopropanol o dimetilformamida, pro-



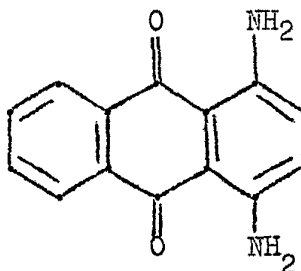
cediendo por lo demás, como en el ejemplo citado, se obtienen tinturas con idénticos buenos resultados.

- Si se utiliza una mezcla de disolventes de 50 por ciento en peso de percloroetileno y 50 por ciento en peso de metanol y se procede del modo usual, como en el ejemplo citado, se obtiene asimismo una tintura intensa y uniforme.

EJEMPLO 19

6 g de colorante de la fórmula

10.



15. se disuelven en 1000 g de una mezcla de disolventes formada por 90 por ciento en peso de clorobenceno y 10 por ciento en peso de metanol, filtrando la solución,

Con esta límpida solución violeta se impregna y seca un tejido de tereftalato de polietilenglicol,

20. como se ha indicado en el ejemplo 1 y, acto seguido,

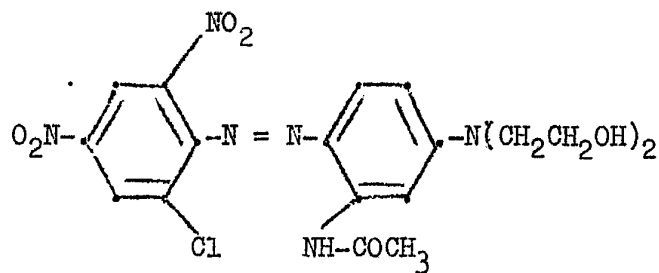


se pasa al termofijado, durante 2 minutos a 210°,
el tejido impregnado y seco.

Se obtiene una tintura violeta intensa y uniforme.

EJEMPLO 20

5. 5 g del colorante de la fórmula



10.

se disuelven en 1000 g^l de una mezcla de disolvente
que consta de 97 por ciento en peso de percloroetileno
y 3 por ciento en peso de dietilformamida y la so-
lución se filtra. Con esta solución se impregna y se-

15. ca un tejido de tereftalato de polietilenglicol, como
se ha descrito en el ejemplo 1. Luego se termofija
4 minutos en corriente de aire calentado a 200° C.

Se obtiene una tintura intensa y uniforme de
coloración violeta.

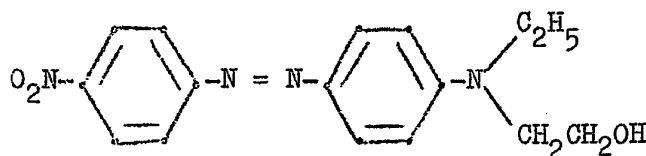
20. Sustituyendo en la mezcla de disolventes ante-
rior, la dimetilformamida por las mismas cantidades de



éter monometílico o monoetílico del etilenglicol o por piridina, se obtiene entoces, con el mismo proceder usual, resultados análogos.

EJEMPLO 21

5. 5 g del colorante de la fórmula



10.

se disuelven en 1000 g de una mezcla de disolventes, consistente en 95 por ciento en peso de percloroetileno y 5 por ciento en peso de dimetilacetamida y se filtra la solución. Con esta solución se impregna y seca, luego, de tereftalato de polietilenglicol, como se describe en el ejemplo 1. Después, el tejido operado se somete a termofijación durante 90 segundos a 200° C.

15.

Se obtiene una tintura brillante y regular de color rojo.

- -



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 patente suiza nº 17024/65 del 9 de Diciembre de 1965.

5. 1. Procedimiento para teñir y estampar en continuo material fibroso de ésteres lineales, de elevado peso molecular, de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales, caracterizado por que este material es impregnado o estampado con una solución
10. de, por lo menos, un colorante de dispersión en una mezcla de disolventes que consta de
 - a) 50 hasta 99 por ciento en peso, de hidrocarburos no sustituidos o bien halogenados, que hierven entre 50 y 150°C y
 15. b) 50 hasta 1 por ciento en peso de un disolvente orgánico, soluble en agua, que hierve por debajo de 220° C. así como, si es preciso, un espesante; una parte esencial del baño de tintura en exceso es eliminado del material y la tintura o bien el estampado en color es fijado median-
 20. te un tratamiento con calor, del material hilable elaborado, a temperatura por debajo del punto de reblandecimiento de dicho material.



talato de polietilenglicol.

8. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se prepara un baño tintórico apropiado para teñir y estampar material fibroso de ésteres lineales de elevado peso molecular de ácidos policarboxílicos aromático en alcoholos polifuncionales, por impregnación y estampado del mismo y acabado de la tintura o bien del estampado por tratamiento ulterior en caliente a temperaturas por debajo del punto de reblandecimiento del material hilable, que contiene disuelto, por lo menos, un colorante de dispersión en una mezcla de disolventes constituida por
5. a) 50 a 99 por ciento en peso de un hidrocarburo no sustituido o halogenado, que hierve entre 50 y 150°C y
10. b) 50 a 1 por ciento en peso de un disolvente orgánico, líquido, soluble en agua y que hierve por debajo de
15. 220°C., así como, si es preciso, un espesante.

9. Procedimiento para teñir y estampar en continuo material fibroso de ésteres lineales.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 19 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 7 de Diciembre 1966
p.a.

JAIME ISERN

Firmado: JOSE RODRIGUEZ