



Case 1-2403⁺

341606

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE PREPARADOS DE
COLOR FLUIDOS, CONCENTRADOS", a favor de la firma suiza
J.R. GEIGY, A.G., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos
preparados de color líquidos, concentrados, de colorantes
básicos y un procedimiento para su preparación.

- Además se refiere a un procedimiento para
5. teñir y estampar material orgánico, en especial de material
fibroso que consta de acrilonitrilo polímero y copolímero
bajo utilización de tales preparados de color según la inven-
ción.

- Es conocido que los colorantes básicos son en
10. general apropiados para producir tinciones sólidas sobre mate-

**POOR
QUALITY**

341606



rial fibroso que consta de acrilonitrilo polímero o copo-
límico. La mayoría de estos colorantes básicos se hallan en
el mercado hasta el presente en forma de polvo fuertemente pul-
verulento. El trabajo con polvos de colorantes fuertemente pul-
5. verulentos, que además la mayoría son de color solamente fuerte,
requiere la utilización de dispositivos de protección corres-
pondientes. Así, el personal debe llevar por ejemplo mascarillas
antipolvo, que la mayoría son antihigiénicas, o precisan dis-
positivos de ventilación de coste elevado." Además los coloran-
10. tes finamente molidos, en el almacenamiento en atmósfera hú-
meda tienden fácilmente a la formación de terrones de coloran-
te.

Además es a menudo difícil diluir en agua colorantes
básicos en forma de polvo ya que se humedecen mal y forman terro-
15. nes al adicionar agua. La preparación de baños de color se di-
ficulta por ello y a menudo resulta muy engorroso.
Existe por lo tanto en la tintorería la necesidad de allanar
lo más totalmente posible esta desventaja.

Para este objeto ya se han realizado diferentes pro-
20. posiciones. Así se ha recomendado llevar al mercado colorantes
básicos en forma de soluciones concentradas que muestran en subs-
tancia partículas en disolventes orgánicos. Sin embargo, tales
soluciones de colorantes básicos poseen varias desventajas. Estas
soluciones se secan fácilmente en depósitos abiertos. Además
25. existi en tales soluciones concentradas de colorantes básicos,



- en especial cuando se exponen a fuertes fluctuaciones de temperatura el peligro de que los colorantes disueltos a temperaturas inferiores se separen por cristalización en forma de cristales proporcionalmente más gruesos, que luego bajo circunstancias de almacenaje todavía aumentan, por lo cual las soluciones se autocompobrecen de colorante, lo que dificulta una nueva reproducción de ^{la} preparación de colorante de la composición que se pretende. Al teñir con tales soluciones parcialmente cristalizadas se dan luego tinciones fácilmente irregulares o incluso formación de manchas.

Ahora se ha hallado nuevos preparados de color de este tipo de colorantes básicos de consistencia líquida, concentrada, que están exentos en esencia de las desventajas arriba citadas.

15. Estos nuevos preparados de color, líquidos, concentrados, se caracterizan por un contenido en
- a) sal de colorante catiónica,
 - b) por lo menos una sal acuosoluble, que consta del anión de un ácido mono o polibásico, inorgánico u orgánico, cuyo ácido libre muestra un valor de pK_S de 4,8 a lo sumo y del catión de una base mono o poliácida, inorgánica, cuya base libre muestra un valor de pK_B de 4,8 a lo sumo,
 - 20. c) por lo menos un ácido mono o polibásico, inorgánico u orgánico, cuyo valor de pK_S asciende a 4,8 a lo sumo,
 - 25. d) por lo menos un estabilizador catiónactivo o np ionógeno,



341606

e) agua

y eventualmente otros agentes auxiliares, en donde la concentración de sal se produce elevada de forma que el colorante está esencialmente sin disolver.

5. En los conceptos previamente utilizados de valor... pK_s para ácidos o bien valor pK_B para gases, se trata de los logaritmos negativos usuales de las constantes de disociación para caracterizar ácidos y gases (véase por ejemplo: A. Stieger, Elektrochemie, página 129 y sucesivas, Rascher Verlag Zürich).

10. Los aniones de las sales acuosolubles utilizables según la invención se derivan en primer lugar de ácidos minerales mono o polibásicos, inorgánicos, por ejemplo de ácido clorhídrico, ácido bromhídrico, del ácido nítrico o del ácido sulfúrico. Sin embargo también pueden proceder de ácidos carboxílicos mono o polibásicos, orgánicos, eventualmente substituidos.

15. Como tales pueden entrar en consideración sobre todo, ácidos monocarboxílicos eventualmente substituidos, inferiores, por ejemplo hidroxilo-substituidos, ácidos dicarboxílicos y tricarboxílicos alifáticos, inferiores, eventualmente substituidos
20. mediante grupos hidroxílicos y ácidos monocarboxílicos monocíclico-aromáticos. Cesores de aniones apropiados son, en el caso de ácidos grasos inferiores, por ejemplo el ácido fórmico, el ácido acético y el ácido glicólico, en el caso de ácidos dicarboxílicos insubstituidos, por ejemplo el ácido oxálico,
25. el ácido malónico, el ácido succínico, el ácido maloico, el



341606

ácido fumárico, el ácido glutárico y el ácido adípico, en el caso de ácidos dicarboxílicos y tricarboxílicos substituidos mediante grupos hidroxílicos, por ejemplo el ácido tartárico y el ácido cítrico. Como aniones de ácidos carboxílicos

5. aromáticos mononucleares son apropiados, por ejemplo, los del ácido benzoico, del ácido clorobenzoico, del ácido metilbenzoico y del ácido salicílico,

Como cationes de sales acuosolubles utilizables según la invención, pueden entrar en consideración los iones alcalinometálicos, como los iones de sodio y potasio, los iones de metales alcalinotérreos, como los iones de magnesio, calcio o zinc, así como también los iones de aluminio.

10. Como sales acuosolubles de ácidos polibásicos inorgánicos y orgánicos pueden utilizarse asimismo según la invención sus sales ácidas. Sin embargo son ventajosas las sales neutras. Ejemplos de sales inorgánicas apropiadas son en especial las sales alcalinometálicas o amónicas neutras de ácidos fuertes, inorgánicos, mono o dibásicos, como por ejemplo, cloruro sódico, potásico y amónico; yoduro sódico, potásico y amónico; nitrato sódico, potásico y amónico, sulfato sódico, potásico y amónico, o bien mezclas de los mismos; ejemplos de sales apropiadas de ácidos orgánicos son en especial las sales alcalinometálicas de ácidos grasos inferiores, sobre todo acetato sódico y potásico.

25. Por el contenido requerido del preparado de color se-



341606

- gún la definición en un ácido mono o polibásico, inorgánico u.
orgánico con un valor de pK_s de 4,8 a lo sumo, se estabiliza el
colorante básico en el concentrado acuoso. El contenido de
ácido se elige con ello ventajosamente, de forma que el pre-
5. parado de colorante líquido, concentrado, muestra un va-
lor de pH de 2 a 5. Como ácidos inorgánicos utilizados según
la invención son en especial apropiados los ácidos minerales,
como el ácido clorhídrico, el ácido bromhídrico o el ácido
sulfúrico. Sin embargo se utiliza con ventaja ácidos orgánicos,
10. en especial ácidos carboxílicos alifáticos inferiores, como el
ácido fórmico y sobre todo el ácido acético.

- Preparados de color según la invención contienen
además por lo menos un estabilizador cationactivo o de prefe-
rencia no ionógeno. Como estabilizadores cationactivos pueden
15. entrar en consideración aminas y sobre todo poliaminas, que
muestran dos o más átomos de nitrógeno básico, de preferencia
de 2 a 5 átomos de nitrógeno cuaternizado parcial o totalmente,
una cadena de éter de poliglicol y por lo menos un sustituyente
lipófilo. En las poliaminas se trata en especial de compuestos
20. de polialquilen poliamina, cuya parte alquilénica consta de
preferencia de grupos 1,2-etilénicos o de 1,2-propilénicos o
1,3-propilénicos, asimismo por ejemplo de compuestos de
dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, o
dipropilentriamina. Como sustituyente lipófilo muestra un
25. átomo de nitrógeno de estas poliaminas, un radical alquílico,
alquenílico o acílico en especial de 10 a 20 átomos de car-



341606

- bono. Ejemplos de tales radicales son el radical tetradecílico, hexadecílico, octadecílico o eicosílico, o bien el radical oleílico, miristoílico, lauroílico, palmitoílico, estearoílico, oleílico, cadenas de éter de poliglicol de poliaminas utilizables según la invención muestran de 3 a unos 100, de preferencia de unos 10 a 50 grupos de alquilenoxi, en primer lugar grupos etilenoxi, que pueden estar c-alquilo o c-arilo-sustituidos en forma combinada. Como compuesto en especial ventajoso se cita por ejemplo la N-octadecil-ditilentriamina permetilada,
5. que se hizo reaccionar con 15 a 20 equivalentes de óxido de etileno.

- Como estabilizadores no ionógenos son en especial apropiados los productos de adición de óxido de etileno de radicales hidrocarburos alifáticos en especial tensioactivos de compuestos hidroxílicos, carboxílicos, amínicos o amídicos, o bien mezclas de tales materias, orgánicas, que muestran en total por lo menos 8 átomos de carbono, que se obtienen, cuando se adicionan por lo menos 3 equivalentes y de preferencia más de óxido de etileno, con lo cual pueden sintetizarse
15. epóxidos substituidos singularmente, como óxido de estireno y oxido de propileno. Como materias de base pueden entrar en consideración alcoholes grasos superiores, es decir alcanoles y alquenoles con 8 a 20 átomos de carbono, ácidos grasos con 8 a 20 átomos de carbono, alquilfenoles con uno o varios substituyentes alquílicos, el cual o bien los cuales muestran
20. 8 átomos de carbono por lo menos juntos, amina mono o polibá-



341606

- sicas, primarias o secundarias, que muestran radicales de hidrocarburo alifáticos y/o cicloalifáticos de 8 átomos de carbono por lo menos, en especial aquellos radicales que muestran alcanolaminas, además alcanolamidas, aminoalquilamidas y ésteres aminoalquílicos de ácidos carboxílicos alifáticos... superiores y de ácidos ariloxycarboxílicos alquilados superiores. El número de los grupos alquilenoxi en estos éteres de poliglicol debe otorgar estas propiedades hidrófilas y debe ser lo suficiente grande para que los compuestos sean dispersables por lo menos fácilmente en agua y de preferencia sean solubles en ella. Según la clase y la composición de la parte lipófila de estos compuestos el número de los grupos alquilenoxi debe ascender, como mínimo a 3 grupos etilenoxi, en especial de 5 hasta 100, y de preferencia de 5 a 20. Es en especial ventajoso la utilización de la mezcla térmica de estas materias.
- Preparados de color según la invención especialmente valiosos contienen como estabilizadores, éteres de poliglicol de alcanoles, alquenoles y alquilfenoles, que muestran radicales de hidrocarburos alifáticos de en total 8 átomos de carbono por lo menos y 4 equivalentes de óxido de etileno por lo menos. En especial favorables son los productos de adición de 4 a 20 moles de óxido de etileno en un alcanol con 8 a 18 átomos de carbono, como hexadecanol, que es una mezcla de alcohol graso conocido bajo el concepto mixto "alcohol graso del aceite de coco", o bien en un alquilfenol, cuyos radicales alquílicos



341606

muestran en total por lo menos 8 átomos de carbono, por ejemplo en octilfenol, nonilfenol o di-tercibutilfenol.

Como otros agentes auxiliares pueden contener estos preparados de color líquidos, concentrados, según la invención,

5. por ejemplo productos de condensación de ácidos naftalinsulfónicos con formaldehído; espesantes como harina de algarroba; alquilcelulosas o goma crital; antiespumantes, por ejemplo alcoholes grasos superiores o ésteros de ácidos grasos de alto peso molecular, además también agentes para la mejora de
10. textiles, como antiestáticos, o ablandadores.

Como sales de color catiónicas, los preparados de color según la invención contienen sales y sales dobles usuales, por ejemplo sales dobles de haluros metálicos, como sales dobles de cloruro de zinc, colorantes catiónicos de

15. clases diferentes, en especial sales de colorantes metálicos o bien azaméticos, que muestran un grupo de cicloamonio, por ejemplo un grupo indolínico, pirazolínico, imidazolínico, triazolínico, tetrazolínico, oxazolínico, tiodiazolínico, oxazolínico, tiazolínico, piridínico, pirimidínico, pirazínico.
20. Los heterocícllos citados pueden substituirse eventualmente en forma no ionógena y/o condensarse con anillos aromáticos. Además pueden entrar en consideración asimismo colorantes catiónicos de la serie del difenilmetano, trifenilmetano, oxazina, y tiacina, así como finalmente sales de color de la serie
25. arilazo y antraquinona con grupos ónicos externos, por ejemplo



341606

un grupo alquilamino o un grupo ciclaamonio.

En la parte según la dosis en sal de colorante catiónico en preparados de color líquidos, concentrados, según la invención, asciende por lo menos a un 10% y de preferencia del 10 al 30%. El grosor de partícula de las partículas de colorante asciende ventajosamente a unos 0,5 a 5 micras, en donde las partículas mayores tienen el peligro de la sedimentación de una parte del colorante en el preparado.

El contenido de sal según la dosis en preparados de color debe elegirse tan elevado por lo menos que el colorante básico se presente esencialmente no disuelto. El contenido mínimo necesario para la preparación de preparados de color líquidos, concentrados, según la invención depende por una parte y por otra parte de las propiedades de solvatación de las sales utilizadas. En casos deseados se requiere una concentración de sal del 3%. Los preparados según la invención contienen de preferencia un contenido de sal de aproximadamente 5 a 15%. Un contenido de sal del preparado de color necesario más elevado que la obtención de una precipitación drásticamente total del colorante básico es en general de evitar, ya que de lo contrario puede presentarse dificultades en la solubilidad de los preparados de colorante.

La parte según la dosis en un ácido con un valor de pK_s de 4,8 a lo sumo en preparado de color, asciende a aproximadamente del 1 al 5% en peso.



341606

La parte según la dosis en estabilizador cationactivo o no inógeno en preparados según la invención asciende a unos 0,5 a 15% en peso, sin embargo de preferencia de 2,5 a 10% en peso.

5. El contenido en agua según la dosis, de preparados de color líquidos, concentrados, según la invención asciende habitualmente de 40 a 80% en peso, de preferencia entre el 60 y 80% en peso.

Los preparados de color líquidos, concentrados, que se acreditan como especialmente buenos, contienen:

10. aproximadamente de 10 a 30% de sal de colorante catiónico, del 5 al 15% de una sal alcalinometálica o amónica inorgánica, acuosoluble, en especial cloruro sódico,
15. del 1 al 5% de un ácido graso inferior, orgánico en especial ácido acético, del 2,5 al 10% de un estabilizador no ionógeno de la clase del éter de polícol de alcohol graso y
20. del 40 al 80% de agua, calculada sobre el peso total del preparado de color de 100%.

- Los preparados de color líquidos, concentrados, según la invención, se preparan convenientemente mediante mezcla con agitación de la sal de color catiónica o bien colorante catiónico, de preferencia en forma de torta húmeda, o también
25. como polvo o como solución o bien suspensión acuosa en la

341606



- mezcla de los otros componentes, que consta de una solución de sal acuosa (b), ácido (c) y estabilizador (d) a temperatura ambiente o a temperatura elevada de preferencia no superior a 50° C, bajo utilización de dispositivos de mezcla usuales en la técnica, como mecanismos batidores, homogeneizadores, o aparatos amasadores por ejemplo agitadores rápidos, turbomezcladores o amasadores. En varios vasos es ventajoso mezclar agitando la dosis principal del estabilizador primero tras la homogeneización de los componentes en el preparado. A menudo también se muestra como conveniente, realizar simultáneamente una división mecánica del colorante básico bajo acción de esfuerzos cortantes, por ejemplo bajo utilización de cuerpos molturadores, como arena de cuarzo o perlas de vidrio. La operación de mezcla finaliza cuando se alcanza la total homogeneización, para lo cual se precisa de 4 a 6 horas.
- 5.
- 10.
- 15.

- Frente a los colorantes básicos en forma de polvo, los preparados de color líquidos, concentrados, según la invención tienen sobre todo la gran ventaja de que se dejan llevar a solución sin ninguna dificultad mediante la adición de agua fría o caliente. En comparación con soluciones concentradas precitadas se caracterizan por las ventajas siguientes: los preparados de color según la invención no tienden a formar sedimento y se pueden conservar durante varios meses. Son ampliamente insensibles sobre todo frente a oscilaciones de temperatura y además el colorante básico no disuelto, dispersado no por
- 20.
- 25.

341606



ello se deposita y no muestra ninguna tendencia a separarse por cristalización parcialmente, Además los concentrados según la invención no son higroscópicos y no tienden tampoco a secarse, lo cual es en especial las soluciones concentra-

5. das conocidas.

Los concentrados según la invención representan preparados de color listos para su uso. Pueden utilizarse con agua diluidos directamente (ventajosamente en proporción de 1:10 por lo menos) como baños para teñir y estampar materia-

10. les orgánicos, como cloro, lana, seda, acetato de celulosa, algodón al tanino y en especial para teñir y estampar material fibroso de acrilonitro polímero y copolímero. Mediante mezcla con agitación de los preparados en soluciones acuosas diluidas, que contienen espesantes apropiados, se obtienen concentrados de color estables que son apropiados principalmente para la adición en el procedimiento continuo de teñido y estampado.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención. En ellos las temperaturas se indican en grados Celsius.

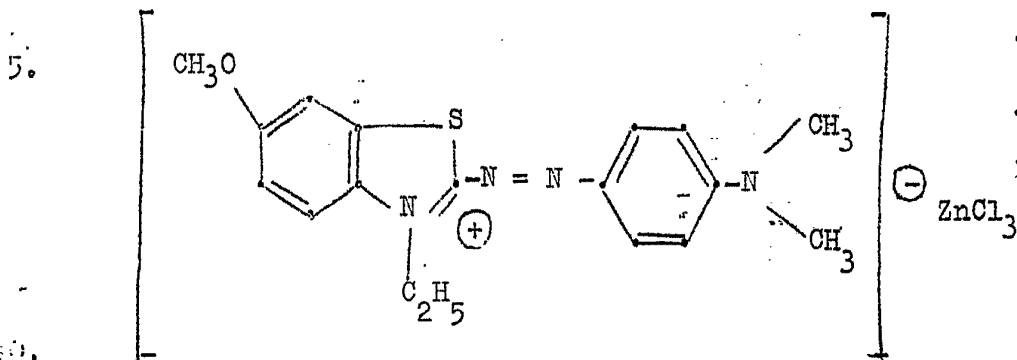
EJEMPLO 1

20. En una solución de 45 gramos de cloruro sódico, 20 gramos de ácido acético y 30 gramos de un éter de poliglicol de alcohol graso, obtenido mediante condensación de una mezcla de alcoholes grasos que muestran de 11 a 18 átomos de carbono con la

341606



dosis doble en peso de óxido de etileno en 300 gramos de agua, se introduce bajo agitación 360 gramos de torta húmeda de colorante, que se sintetiza a partir de 120 gramos del colorante, de la fórmula



24 gramos de cloruro sódico y 216 gramos de agua, y se homogeneiza durante 4 horas.

15. El preparado de colorante líquido, concentrado, azul oscuro, preparado de esta forma, es estable en el almacenado y está listo para el uso directamente. Al verter sobre el preparado 100 veces la dosis de agua fría o caliente y al adicionar agentes auxiliares usuales en la tintorería ^{se} obtiene un baño directamente utilizable para teñir fibras de acrilonitrilo en baño corto.

20. Como fibras acrílicas, que pueden teñirse o bien estamparse bajo utilización de los preparados de color anteriores, son en especial apropiadas aquellas a partir de acrilonitrilo



341606

de cadena larga, polímero y copolímero, que contiene "lugares para colorante" ácido. Tales fibras constan por ejemplo de poliacrilonitrilo con un grado de polimerización de aproximadamente 35.000, que contiene aproximadamente 150 milimoles de grupos

5. carboxílicos y ningún grupo sulfónico en cada 100 gramos de fibra ("COURTELLE" [®] de la firma Courtaulds Ltd., Coventry, Inglaterra). Otras fibras acrílicas utilizables según la invención constan de poliacrilonitrilo de grado de polimerización similar, pero con unos 40 a 50 milimoles de grupos sulfónicos y de 15 a 20 milimoles de grupos carboxílicos en cada 100 gramos de fibra ("ORLON" [®] la firma E.I. Du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., USA), además "ACRILAN" [®] de la firma The Chemstrand Corp., Dekatur, Alabama, USA, que consta de un copolímero de aproximadamente el 85% de acrilonitrilo de aproximadamente el 15% de acetato vinílico, o "DRALON" [®] de la Farbenfabrikon Bayer, Dromagen, Alemania, que consta de 85% de acrilonitrilo, aproximadamente del 5 al 10% de acetato vinílico y aproximadamente del 10-15% de vinilpiridina.

- Otros preparados de color de calidad similar se obtienen
20. de esta forma y bajo las mismas condiciones que las descritas en el ejemplo precedente, cuando se utiliza en lugar de 30 gramos de éter/poliglicol de alcohol graso, 25 gramos de un éter de poliglicol de nonilfenol, cuya cadena de éter de poliglicol consta de 8 a 12 grupos de etilenoxi, o 12 gramos de un producto de condensación de N-octadecil-dietilentriamina con la dosis doble en
 - 25.

= 16 =

341606



peso de óxido de etileno, o 20 gramos del producto de condensación de ácido oleíco y óxido de etileno (proporción molar 1:7,5) o 30 gramos de N-octadecil-dietilentriamina permetilada, que muestra una cadena de éter de poliglicol con 15 a 20 grupos de etileno-

5. xi.

Si se substituye en el Ejemplo anterior, los componentes de colorante de la torta por dosis correspondientes de las sales de color catiónicas indicadas en la columna 2 de la siguiente Tabla I y se procede usualmente como se indicada en el Ejemplo, se obtiene preparados de color asimismo estables al almacenado y listos para el uso directamente.



341606

No	Colorante	Tons de color sobre fibras de poli-acrilonitrilo
5.		Oxalate [⊖] verde
10.		Cl [⊖] azul
15.		Cl [⊖] id.
8		Cl [⊖] id.
20.		Cl [⊖] burdeos
25.		



Nº	Colorante	Tono de color sobre fibras de poliacrilonitrilo
5.	<p style="text-align: right;">Cl^{\ominus}</p>	anaranjado
10.	<p style="text-align: right;">$\ominus \text{SO}_4^{2-}$</p>	amarillo
15.	<p style="text-align: right;">$\text{SO}_4\text{CH}_3^{\ominus}$</p>	id.
20.	<p style="text-align: right;">Cl^{\ominus}</p>	rojo
14	<p style="text-align: right;">Cl^{\ominus}</p>	anaranjado amarillento

341606



Nº	Colorante	Tono de color sobre fibras de poliacrilonitrilo
15	$ \begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\ \\ (\text{H}_3\text{C})_3\text{N}^{\oplus} - \text{CH}_2 - \text{CO} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{N} = \text{N} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3) - \text{N} = \text{N} - \text{C} = \text{C} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \qquad \\ \text{HO} - \text{C} \qquad \qquad \text{N} \\ \qquad \qquad \qquad \quad \\ \qquad \qquad \qquad \quad \text{H} \end{array} $	anaranjado
5.		
16	$ \begin{array}{c} \text{Cl} \qquad \qquad \text{Cl} \\ \qquad \qquad \\ \text{O}_2\text{N} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl}) - \text{N} = \text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{NH} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{N}^{\oplus}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{CH}_3 \\ \\ \text{Cl} \end{array} $	id.
10.		
17	$ \begin{array}{c} \text{N}^{\oplus}(\text{C}_6\text{H}_5) \\ \\ \text{CH}_2 - \text{CO} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{N} = \text{N} - \text{C} = \text{C} - \text{C}_6\text{H}_4 \\ \qquad \qquad \qquad \\ \text{H}_3\text{C} - \text{C} \qquad \qquad \text{N} \\ \qquad \qquad \qquad \quad \\ \qquad \qquad \qquad \quad \text{H} \end{array} $	amarillo
15.		
18	$ \begin{array}{c} \text{H}_3\text{C} - \text{N}^{\oplus} - \text{CH} \\ \qquad \qquad \\ \text{CONH} - \text{C} \qquad \text{S} - \text{CH} \\ \qquad \qquad \qquad \\ \text{HO} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{OH}) - \text{N} = \text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} $	rojo
20.		
19	$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{O}_2\text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{N} = \text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5) - \text{C}_2\text{H}_4 - \text{S} = \text{C}(\text{NH}_2)_2 \\ \\ \text{C}_2\text{H}_4 \\ \\ \text{N}^{\oplus} \end{array} $	id.

341606



Nº	Colorante	Tono de color sobre fibras de poliacrilonitrilo
5. 20	<chem>CN(C)CC(=O)Nc1c(O)c2c(c1)C(=O)c3ccccc23.[S-](=O)(=O)C</chem>	rojo
10. 21	<chem>CN(C)CC(=O)Nc1c(NC)c2c(c1)C(=O)c3ccccc23Cc4c(C)c(C)cc4[N+](C)(C)C</chem>	azul
15. 22	<chem>CN(C)C1=CC=CC=C1=N=N2C=CC=CC=C2[N+](C)(C)3C=CC=CN3.[S-](=O)(=O)C</chem>	violeta
23	<chem>Nc1ccc(N=N2C=CC=CC=C2[N+](C)(C)3C=CC=CN3)cc1.[Cl-]</chem>	rojo
20. 24	<chem>CN1C=CC=CC=C1[N+](C)(C)2C=CC=CC=C2N.[Cl-].[Cl-].[Cl-]</chem>	anaranjado

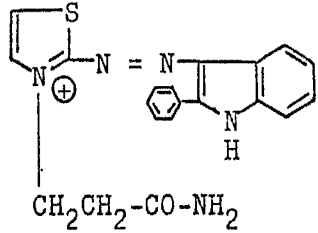
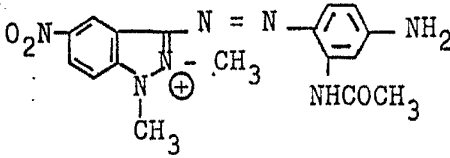
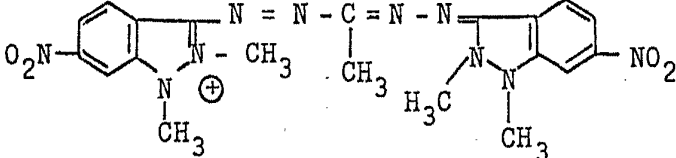
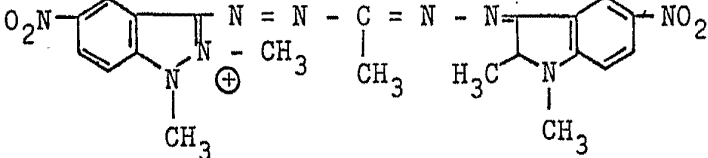


341606

Nº	Colorante	Cl [⊖]	Tono de color sobre fibras de poliacrilonitrilo
15.		Cl [⊖]	azul
26		Cl [⊖]	id.
10.		Cl [⊖]	id.
15.		Cl [⊖]	rojo
20.			

341606



No	Colorante	Tono de color sobre fibras de poliacrilonitrilo
5.	<p>29</p>  <p style="text-align: center;">$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-CO-NH}_2$</p>	<p>Cl^- rojo</p>
10.	<p>30</p> 	<p>Cl^- rojo azulado</p>
15.	<p>31</p> 	<p>Cl^- azul</p>
20.	<p>32</p> 	<p>SO_4^{2-} verde</p>



341606

Nº	Colorante	Tono de color sobre fibras de poliacrilonitrilo
5. 33		CH_3SO_4^- rojo
10. 34		Cl^- azul marino
15. 35		SO_4^{2-} amarillo
20. 36		Cl^- azul



341606

Nº	Colorante	Tono de color sobre fibras de pcliacrilo nitrilo
5. 37		$SO_4 / 2^-$ rojo
10. 38		Cl^- anaranjado
15. 39		Cl^- rojo
20. 40		Cl^- anarnjado



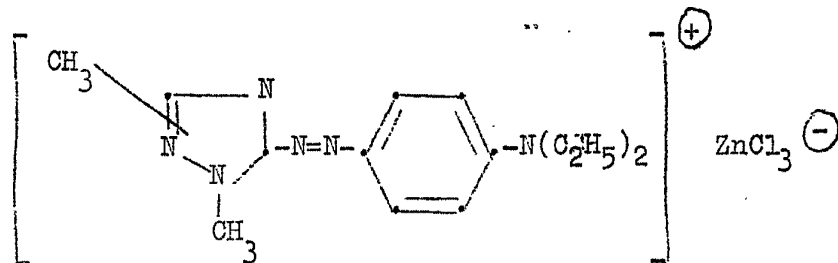
= 25a=

341606

EJEMPLO 41

- 75 gramos de cloruro sódico, 20 gramos de ácido acético y 5 gramos de un éter de poliglicol de alcohol graso, obtenido mediante condensación de una mezcla de alcoholes grasos que muestran de 11 a 18 átomos de carbono con la dosis doble de óxido de etileno, se disuelven en 500 gramos de agua. En esta solución se introduce bajo agitación y a temperatura ambiente 360 gramos de torta húmeda de colorante, que consta de 120 gramos del colorante de la fórmula

10.



15. 24 gramos de cloruro sódico y 216 gramos de agua y se homogeneiza durante 5 horas. A continuación se adicionan todavía 27 gramos de éter de poliglicol de alcohol graso arriba citado y se agita durante una hora. El preparado de color así obtenido es muy estable; el colorante no disuelto, no sedimenta y en el almacenado tampoco muestra ninguna tendencia a la precipitación por cristalización. Mediante vertido del colorante en 1,000 veces la dosis de agua fría se obtiene un baño directamente uti-
- 20.



341606

lizable para teñir fibras acrílicas en gran baño.

Se obtienen otros preparados de color cuando se trabaja según las indicaciones del Ejemplo 41, pero sin embargo se utiliza en lugar de 75 gramos de cloruro sódico, 180 gramos

5. de cloruro potásico, 80 gramos de cloruro amónico, 65 gramos de nitrato sódico, 110 gramos de sulfato sódico, 150 gramos de acetato sódico, 40 gramos de tartrato potásico sódico, 80 gramos de cloruro magnésico, 75 gramos de sulfato de zinc, 40 gramos de sulfato aluminico, 60 gramos de partrato potásico,
10. 70 gramos de citrato potásico, 65 gramos de oxalato amónico y se procede usualmente como se describe en el Ejemplo

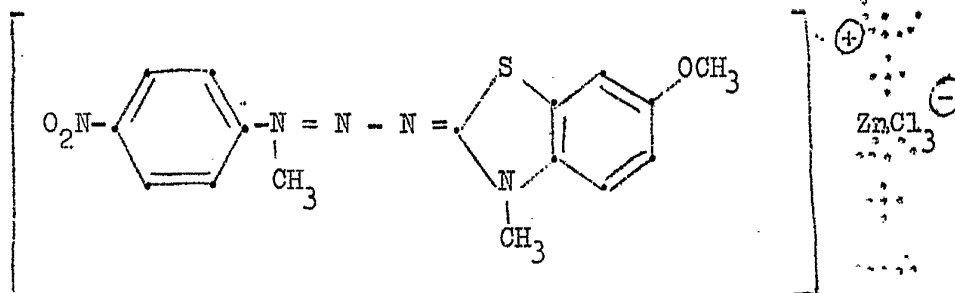
EJEMPLO 42

- 36 gramos de cloruro sódico, 5 gramos de ácido fórmico y 30 gramos de un éter de poliglicol, obtenido mediante
15. condensación de una mezcla de alcoholes grasos que muestran de 11 a 18 átomos de carbono con la dosis doble de óxido de etileno, se disuelven en 410 gramos de agua. A esta solución se adicionan 200 gramos de perlas de vidrio con un diámetro de
20. aproximadamente 1,5 milímetros y a continuación bajo agitación 120 gramos del colorante de la fórmula



341606

5.



10.

15.

y la suspensión de colorante se agita durante 30 horas a temperatura ambiente. A continuación se adicionan 200 gramos de agua y se separan las perlas de vidrio del colorante finamente dividido, no disuelto mediante filtración del género del molino sobre un tamiz de cobre cuyo ancho de mallas asciende a 0,5 milímetros. Se obtiene de este forma un preparado de color líquido, concentrado, estable y homogéneo. Tras el vertido del preparado sobre 1000 veces la dosis de agua y tras adición de los agentes auxiliares usuales en la tintorería, se obtiene un baño directamente utilizable para teñir fibras de acrilonitrilo polímero y copolímero.

EJEMPLO 43

8 gramos del preparado de color preparado según el Ejemplo 1, así como 40 gramos de ácido acético (80%), 50 gramos de sulfato sódico y 10 gramos de un producto de adición



341606

- cuaternizado con sulfato dimetílico, de 15 a 20 equivalentes de óxido de etileno en N-octadecil-dictilentriamina, se disuelven en 5.000 cc de agua. Se introducen a 60°, 100 gramos de hilos de poliacrilonitrilo ("ORLON" 42[®]), el baño se calienta en el término de 10 minutos a 80°, luego se eleva la temperatura del baño $\frac{1}{2}$ grado por minuto hasta el punto de ebullición y se deja el material a esta temperatura en el baño durante 2 horas. Se deja enfriar el baño en el curso de 30 minutos a 60°. El material así teñido se retira luego y a continuación se enjuaga con agua templada y fría. Se obtiene hilos de poliacrilonitrilo teñidos de color azul muy uniforme. Los preparados de color relacionados en los otros ejemplos dan siguiendo la anterior prescripción, tinciones de igual calidad sobre fibras de poliacrilonitrilo.

15. EJEMPLO 44

Tejido de poliacrilonitrilo, como "ORLON" 42[®], se impregnan en un fular d 40° con un baño de la composición siguiente:

- Se disuelven 20 gramos del preparado de color obtenido según el Ejemplo 42 en una solución espesante, que consta de 5 gramos de espesante de harina de algarroba y 885 cc de agua, y luego se trata la solución con 50 gramos de ácido acético (al 80%) y 30 gramos de dictanolamida del ácido graso de aceite de coco.



= 28a =

341606

El tejido exprimido a aproximadamente el 120% se evaporiza durante 30 minutos a 102°. El género teñido se enjuaga con agua, se saponifica y se seca. Se obtiene bajo estas condiciones una tinción amarilla muy homogénea.

5. Si se utiliza en el Ejemplo anterior en lugar de tejido de poliacrilonitrilo, tejido de acetato de celulosa y se procede usualmente como se indica en el Ejemplo, se obtiene una tinción amarilla especialmente muy homogénea.

10. Los preparados de color descritos en los otros Ejemplos da, según este procedimiento, tinciones de igual calidad.



341606

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 núm. 8417/66 del 9 de Junio de 1966.

5. 1. Procedimiento para la obtención de preparados de color fluidos, concentrados, caracterizado por que se homogeiniza una sal de colorante catiónico o bien un colorante catiónico con
 - b) por lo menos una sal acuosoluble, que consta del anión de un ácido mono o polibásico, inorgánico u orgánico, cuyo ácido libre muestra un valor de pK_S de 4,8 a lo sumo, y del catión de una base mono o poliácida, inorgánica, cuya base libre muestra un valor de pK_B de 4,8 a lo sumo,
 - c) por lo menos un ácido mono o polibásico, inorgánico u orgánico, cuyo valor de pK_S asciende a 4,8 a lo sumo,
 - d) por lo menos un estabilizador catión activo o no ionógeno
 - e) aguay eventualmente otros agentes auxiliares, con lo cual se
20. elige elevada la concentración de sal, de forma que el colorante es en esencia insoluble.



341606

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por comprender un contenido en
- a) sal de color catiónica,
 - b) por lo menos una sal acuosoluble, que consta del anión de un ácido mono o polibásico inorgánico u orgánico, cuyo ácido libre muestra un valor de pK_S de 4,8 a lo sumo, y del catión de una base mono o polibásica, inorgánica, cuya base libre muestra un valor de pK_B de 4,8 a lo sumo,
 - c) por lo menos un ácido mono o polibásico, inorgánico u orgánico, cuyo valor pK_S asciende a 4,8 a lo sumo,
 - d) por lo menos un estabilizador catión activo o no innógeno,
 - e) agua
- y eventualmente otros agentes auxiliares, con lo cual se
15. elige elevada la concentración de sal, de forma que el colorante es en esencia insoluble.

3. Procedimiento, según la reivindicación 2, caracterizado por un contenido de una sal alcalino metálica o amónica, neutra, acuosoluble, de un ácido mono o polibásico, inorgánico.
- 20.

4. Procedimiento, según la reivindicación 2, caracterizado por un contenido en ácido fórmico o ácido acético.

5. Procedimiento, según la reivindicación 2,



341606

caracterizado por un contenido de un estabilizador no ionógeno.

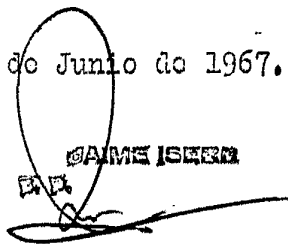
6. Procedimiento, según las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado por un contenido en cloruro sódico como sal acuosoluble (b), ácido acético como ácido (c) y un éter de poliglicero de alcohol graso como estabilizador no ionógeno (d).

7. Procedimiento para la obtención de preparados de color fluidos, concentrados.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 31 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 de Junio de 1967.

p.a.


EJ
EJ
Firmado: JOSÉ RODRIGUEZ