

Cas 6089/E



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

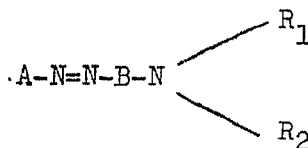
por "PROCEDIMIENTO PARA TERNIR O ESTAMPAR MATERIAL DE FIBRAS
HIDRÓFOBO", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME
residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que se obtienen tinturas
y estampados valiosos sobre material de fibra hidrófobo, por
ejemplo a base de ésteres de celulosa (como el 2 $\frac{1}{2}$ -acetato de
celulosa o el triacetato de celulosa), poliésteres aromáticos
5. (en particular, tereftalato de polietileno), poliamidas, poli-
uretanos, poliacrilonitrilo o cloruro de polivinilo, si se
emplean como colorantes los colorantes azoicos, insolubles en
agua, de la fórmula

10.



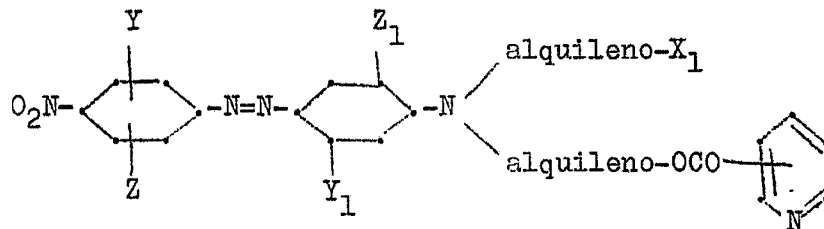


donde

- A significa el radical de un componente diazoico,
B significa un radical fenilénico (eventualmente, sustituido),
5. R₁ significa un grupo alquílico (eventualmente, sustituido) y
R₂ significa un radical de la fórmula -alquileo-
O-COR₃ (donde R₃ representa un radical de seis miembros que contiene nitrógeno).

10. Los colorantes utilizables según este procedimiento corresponden preferentemente a la fórmula

15.



donde

- Y significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, alcoxilo, fenoxilo, nitro, ciano, carboalcoxilo o alquilsulfonilo,
20. Z significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, ciano o trifluorometilo,
Y₁ significa un átomo de hidrógeno o de halógeno



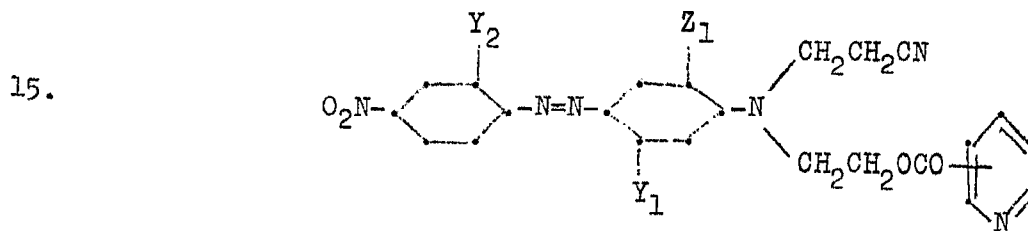
o un grupo de alquilo, alcoxilo, ariloxilo o acilamino,

Z_1 significa un átomo de hidrógeno o un grupo de alquilo o alcoxilo y

5. X_1 significa un átomo de hidrógeno o un grupo de alcoxilo, cianoalcoxilo, carboalcoxilo, fenilo, ciano o alcanoiloxilo.

Tales colorantes están descritos en la patente francesa 1 464 401 (caso 5612) y pueden obtenerse por

10. copulación a partir de los componentes respectivos. Particular interés presentan los colorantes de la fórmula



donde

20. Y_2 significa un átomo de halógeno o un grupo ciano, mientras que Y_1 y Z_1 tienen el mismo significado que se les ha atribuido antes.



En ciertos casos puede ser ventajoso el empleo de mezclas de dos o más de los colorantes utilizables según este procedimiento.

- Para teñir, los nuevos colorantes se emplean de conveniencia en forma finamente dividida y se tiñe con adición de dispersantes, como lejía residual de celulosa sulfútica o detergentes sintéticos, o de una combinación de diversos humectantes y dispersantes. Por lo general, es conveniente convertir los colorantes que se empleen, antes de la tinción, en un preparado tintóreo que contenga un dispersante y el colorante finamente dividido, en forma tal que, al diluir con agua el preparado tintóreo, resulte una dispersión fina. Tales preparados tintóreos pueden obtenerse de manera conocida; por ejemplo, moliendo el colorante en forma seca o húmeda y con adición o sin adición de dispersantes durante la molienda.
- 5.
 - 10.
 - 15.

- Para lograr tinturas más intensas sobre las fibras de teretalato de polietileno, resulta conveniente añadir un imbibidor al baño tintóreo o realizar la operación tintórea bajo presión, a temperaturas superiores a 100°, por ejemplo de 120°. En calidad de imbibidores son aptos los ácidos carboxílicos aromáticos, por ejemplo el ácido benzoico o el ácido salicílico; los fenoles, como por ejemplo el o- o p-oxidifenilo; los compuestos halogenados aromáticos, como por ejemplo el clorobenceno, el o-diclorobenceno o el tricloroben-
- 20.
 - 25.



ceno; el fenilmetilcarbinol o el difenilo. Para las tinturas bajo presión, resulta ventajoso acidificar ligeramente el baño tintóreo, por ejemplo mediante la adición de un ácido débil, como el ácido acético.

5. Los colorantes utilizables según este invento resultan muy aptos para teñir por el procedimiento llamado "de la termofijación", según el cual el género que se ha de teñir se impregna, de preferencia a temperaturas de 60° a lo sumo, con una dispersión acuosa del colorante que contiene de conveniencia 1 a 50 % de urea y un espesante (en particular, alginato sódico) y se exprime como de ordinario. Conviene exprimir de modo que el género impregnado retenga líquido tintóreo en proporción del 50 al 100 % del peso inicial del género.
10. Para la fijación del colorante, el género así impregnado se calienta (de conveniencia, después de secado previo; por ejemplo, en una corriente de aire caliente) a temperaturas superiores a 100°, por ejemplo entre 180 y 210°.
15. El procedimiento de termofijación que acaba de mencionarse tiene particular interés para teñir tejidos mixtos de fibras de poliéster y fibras de celulosa, en especial algodón. En este caso, el líquido de impregnación contiene, además del colorante utilizable según el invento, colorantes aptos para teñir el algodón, por ejemplo colorantes directos o colorantes de tina, o en particular colorantes de los lla-
- 20.
- 25.



mados reactivos, es decir, colorantes fijables a las fibras de celulosa con formación de un enlace químico, o sea por ejemplo colorantes que contengan un radical clorotriacínico o clorodiacínico. En este último caso resulta conveniente

5. agregar a la solución de fulardeo un agente aceptor de ácido, por ejemplo un carbonato alcalino, un fosfato alcalino, un borato alcalino o un perborato alcalino, o respectivamente sus mezclas. Si se emplean colorantes de tina, es necesario, después del tratamiento térmico, un tratamiento del tejido
10. fulardeado que se realiza con una solución alcalinoacuosa de uno de los agentes de reducción usuales en la tintorería de tina.

Las tinturas obtenidas sobre fibras de poliéster según el procedimiento aquí expuesto se someten de conveniencia a un tratamiento final, por ejemplo mediante calentamiento con una solución acuosa de un detergente desionizado.

15. En lugar de aplicarse por impregnación, según el procedimiento aquí expuesto los colorantes que se han indicado pueden aplicarse también por estampación. Con tal fin se emplea, por ejemplo, una tinta de estampar que, además de los agentes auxiliares usuales en la estampación (como humectantes y espesantes), contenga el colorante finamente disperso, eventualmente en mezcla con uno de los colorantes
20. para algodón que se han citado antes y eventualmente en
- 25.



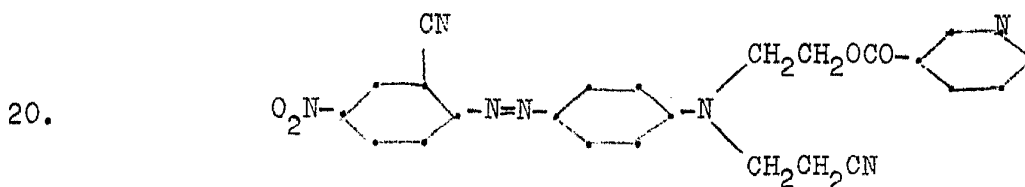
presencia de urea y/o de un agente aceptor de ácido.

Por el procedimiento aquí expuesto se obtienen tinturas y estampados vigorosos, de excelentes propiedades de solidez, en particular buena solidez a la luz, a la sublimación, al decatizado, al lavado y al agua de cloro. Las tinturas sobre seda de acetato se distinguen además por buena solidez a los gases. Otra ventaja más radica en la buena reserva para la lana y el algodón de los colorantes utilizables según este procedimiento.

10. En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1

15. Se muelen 0,5 partes del colorante de la fórmula



con 0,5 partes de ácido 2,2'-dinaftilmetandisulfónico, forman-



- do una dispersión fina. Se añade ésta a un baño tintóreo que en 3000 partes de agua contiene 3 partes de ácido acético glacial y 3 partes de ácido N-bencil-omega-heptadecil-bencilimidazolsulfónico, se introducen, a 40°. 100 partes de seda artificial de acetato bien mojada, se aumenta la temperatura hasta 80° y se tiñe durante una hora a 80°. La seda de acetato queda vigorosamente teñida de rojo y la tintura se distingue por buena solidez a la luz y a la sublimación.
- 5.

EJEMPLO 2

10. 1 parte del colorante empleado en el Ejemplo 1, empastada con un producto de condensación de alcohol graso y óxido de xileno, se diluye con agua hasta 4000 partes y se añaden todavía 1,6 partes de ácido acético glacial y 1 parte de un producto de condensación graso y óxido de etileno. En este baño tintóreo se introducen, a 30°, 100 partes de tejido de triacetato de celulosa, se lleva la temperatura hasta ebullición y se tiñe durante una hora a esta temperatura. Se obtiene una tintura roja, de buena solidez a la luz y a la sublimación.
- 15.



EJEMPLO 3

Se muele en húmedo 1 parte del colorante empleado en el Ejemplo 1 con 2 partes de una solución acuosa al 50 % de la sal sódica del ácido 1,1'-dinaftilmetan-2,2'-disulfónico y se seca.

5.

Se agita este preparado tintóreo con 40 partes de una solución acuosa al 10 % de la sal sódica del ácido N-bencil-mu+heptadecil-bencimidazol-disulfónico y se añaden 4 partes de una solución de ácido acético al 40 %. Mediante dilución con agua se hace de esto un baño tintóreo de 4000 partes.

10.

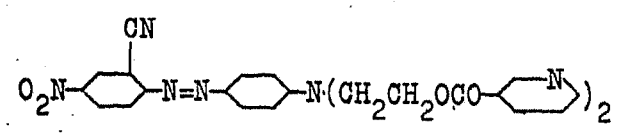
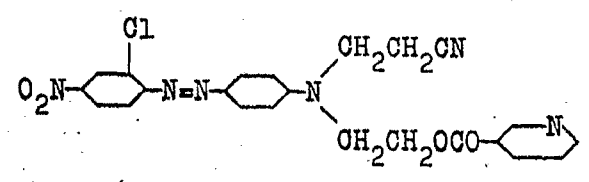
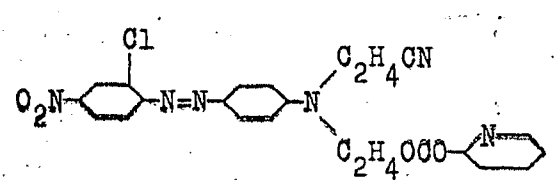
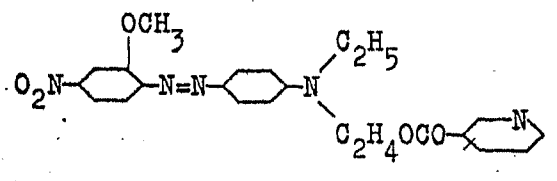
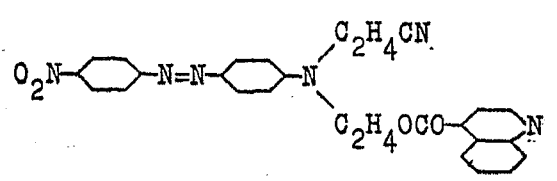
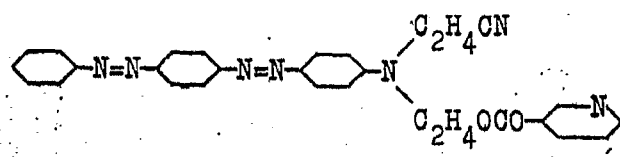
En este baño se introducen, a 50°, 100 partes de un tejido de fibra de poliéster, limpio, se aumenta la temperatura en media hora hasta 120-130° y se tiñe durante una hora, en recipiente cerrado, a esta temperatura. A continuación se aclara bien. Se obtiene una tintura roja vigorosa, de excelente solidez a la luz y a la sublimación.

15.

La tabla que sigue presenta en la columna I una serie de otros colorantes que tiñen las fibras de tereftalato de polietileno, siguiendo el procedimiento que se ha indicado, con los matices que se exponen en la columna II.

20.

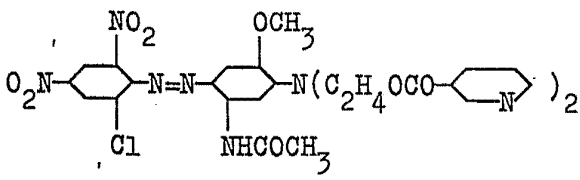
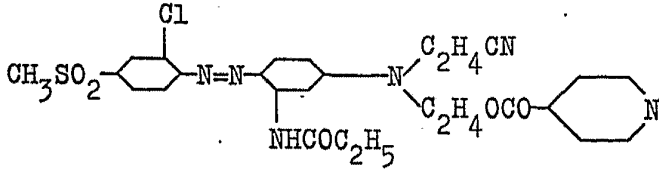
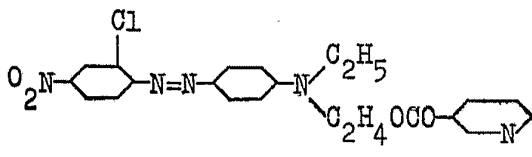
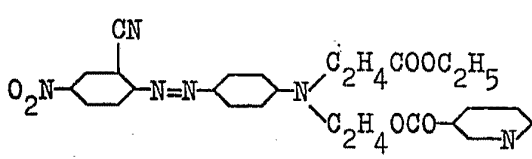
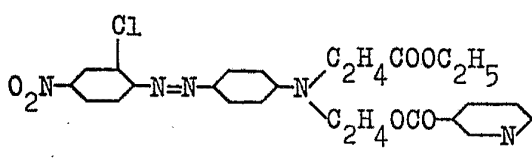
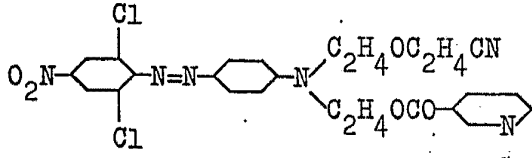
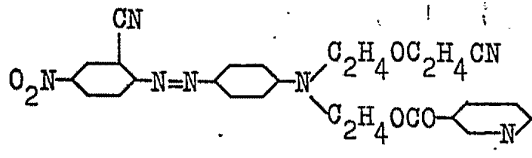


	I	II
5.	1 	rojo
10.	2 	escarlata
15.	3 	"
20.	4 	rubi
25.	5 	escarlata
25.	6 	anaranjado



	I	II
7		escarlata
5. 8		"
9		pardo
10. 10		"
11		rojo
15. 12		rojo
20. 13		rojo
14		burdeos



	I	II
5.	15 	azul
	16 	rojo
10.	17 	"
	18 	rubi
15.	19 	rojo
20.	20 	pardo
	21 	burdeos



	I	II
22		Escarlata
5. 23		rojo
10. 24		burdeos
15. 25		rojo
26		violado rojizo
20. 27		rojo



5.

10.

15.

20.

	I	II
28		rubí
29		violado
30		"
31		"
32		"
33		rojo



	I	II
34		rojo
5. 35		violado
10. 36		"



EJEMPLO 4

- En un baño que por 1000 partes de agua contiene 1 a 2 partes de sal sódica del ácido N-bencil-1-heptadecilbencimidazoldisulfónico y 1 parte de solución acuosa concentrada de amoníaco, se limpian previamente durante media hora
5. 100 partes de material fibroso de tereftalato de polietileno. A continuación se trata el material a 50° y durante 15 minutos en un baño tintóreo que en 3000 partes de agua contiene 9 partes de fosfato diamónico y 1,5 partes de la sal sódica del
10. ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazolsulfónico. Luego se disuelven gradualmente y se añaden 9 partes de o-fenilfenolato sódico y a continuación, removiendo el material textil durante 15 minutos a temperatura de 50 a 55°, se suscita la fijación del o-fenilfenol puesto en libertad. Se añade después el preparado colorante obtenido según el Ejemplo 3, párrafo 1º, se
15. lleva el baño en el curso de 1/2 hora a 3/4 de hora hasta ebullición y se tiñe durante 1 a 1 1/2 horas lo más cerca posible de la temperatura de ebullición. En seguida se aclara bien y eventualmente se lava durante 1/2 hora, a temperatura de 60 a 80°,
20. con una solución que contiene, por 1000 partes de agua, 1 parte de la sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazol-disulfónico. Se obtiene una tintura roja de excelente solidez a la sublimación y a la luz.



EJEMPLO 5

- A 50°, se introducen 100 partes de un tejido mixto, constituido por 50 partes de fibras de tereftalato de polietileno y 50 partes de lana, en un baño que por 1000 partes de agua contiene 5 partes^{de} una emulsión acuosa al 75 % de éster metílico de ácido salicílico, como acelerador, 1 parte de la sal sódica de ácido disobutilnaftalinsulfónico y 10 partes del colorante empleado en el Ejemplo 1. Luego se lleva en el curso de media hora hasta ebullición, se hierva durante 1 $\frac{1}{2}$ a 2 horas y se aclara bien con agua caliente el material teñido. No hay necesidad de purificación final. Se obtiene una tintura roja vigorosa de la porción de poliéster, mientras que la porción de lana queda reservada en forma casi blanca.

15. EJEMPLO 6

Se mezclan

- 300 partes de goma arábiga (1:1)
- 300 partes de goma cristalina (1:2)
- 250 partes de agua
- 20. 40 partes de ciclohexano
- 50 partes de tiodiglicol
- 50 partes de una solución al 10 % de la sal sódica del ácido m-nitrobencensulfónico



20 partes de una mezcla de oleato potásico y esencia de
 pino
1000 partes.

5. En 800 partes de este espesamiento genera-
triz, se deslíen hasta dispersión completa, por medio de un
agitador rápido, 200 partes del preparado de colorante ob-
tenido según el Ejemplo 3, párrafo 1º. Con esta pasta se
estampa un tejido de tereftalato de polietileno. Después de
la estampación, se seca el tejido, se le vaporiza durante
10. 45 minutos a 3/4 atmósferas, se le aclara durante 10 minutos
en agua fría, se le centrifuga y se le seca. Se obtiene un
estampado rojo sólido.

EJEMPLO 7

15. Se disuelven 200 partes de urea en 400 partes
de agua y en esta solución se vertieron 100 partes de una dis-
persión acuosa que contiene 30 partes del colorante empleado
en el Ejemplo 1 y 2 partes de la sal sódica del ácido diiso-
butilnaftalinsulfónico. Se mezcla bien durante algunos minu-
tos en el agitador rápido y al mismo tiempo se añaden 100 par-
tes de una solución de carbonato sódico al 20 % y 400 partes
20. de una solución de alginato sódico al 5 %.

Con la solución impregnante así obtenida
se fulardea a temperatura de 50 a 60º un tejido de tereftalato
de polietileno de manera que el género impregnado retenga del



65 al 70 % de su peso inicial en solución de colorante, se seca el género y a continuación se le somete durante un minuto a un tratamiento térmico a temperatura de 200 a 210°.

- A continuación se le lava durante 20 minutos
5. y a temperatura de ebullición en una solución que contiene 2 g/litro de un detergente desionizado y 2 g/litro de carbonato sódico calcinado, se aclara y se seca. Se obtiene una tintura roja vigorosa, de muy buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 8

10. Se agita 1 parte de preparado colorante con 100 partes de una solución acuosa al 10 % de un producto de la condensación de alcohol octadecílico con 20 moles de óxido de etileno y, mediante dilución con agua, se prepara un baño tintórico de 4000 partes.
15. En este baño se introducen en frío 100 partes de un tejido de poliamida, se aumenta la temperatura en media hora hasta 90° y se tiñe durante una hora a esta temperatura. Se obtiene una tintura de color burdeos, de buena solidez a la luz y al lavado.

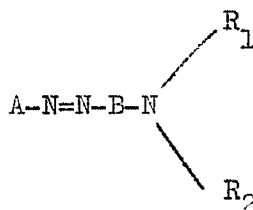
REIVINDICACIONES



Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 299/67 del 10-1-67 y 16456/67 del 23-11-67.

5. 1. Procedimiento para teñir o estampar material de fibra hidrófobo, caracterizado porque se constituye una dispersión fina, al moler junto con un ácido disulfónico o una de sus sales colorantes azoicos, insolubles en agua, de la fórmula

10.



15.

donde

A significa el radical de un componente diazoico, B significa un radical fenilénico (eventualmente, sustituido),

20.

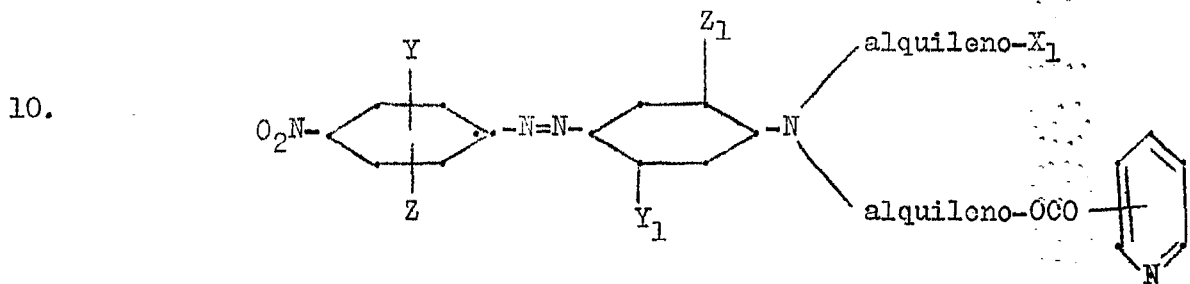
R₁ significa un grupo alquílico (eventualmente, sustituido) y

R₂ significa un radical de la fórmula-alquileno-O-COR₃ (donde R₃ representa un radical de seis miembros que contienen nitrógeno),



cuya dispersión a continuación se diluye en un baño tintórico acuoso en el que se verifica la tinción o estampado del material de fibra hidrófobo.

5. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de colorantes, se emplean los de la fórmula



donde

15. Y significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, alcoxilo, fenoxilo, nitro, ciano, carboalcoxilo o alquilsulfonilo,
20. Z significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, ciano o trifluorometilo,
- Y₁ significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, alcoxilo, ariloxilo o acilamino.



Z₁ significa un átomo de hidrógeno o un grupo de alquilo o alcoxilo y

X₁ significa un átomo de hidrógeno o un grupo de alcoxilo, cianoalcoxilo, carboalcoxilo, fenilo, ciano o alcanciloxilo,

5.

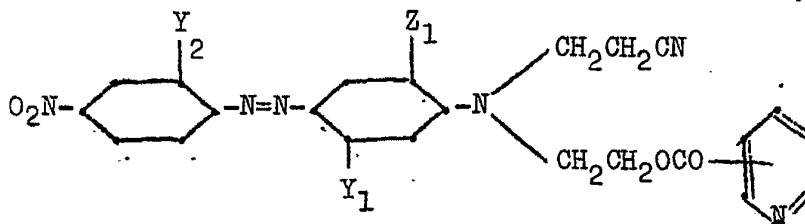
los cuales previamente se han molido en forma seca o húmeda con adición o sin adición de dispersantes durante la molturación y luego se diluyen con agua.

3. Procedimiento según la reivindicación 2,

10.

caracterizado porque en calidad de colorantes, se utilizan los de la fórmula

15.



donde Y

Y₂ significa un átomo de halógeno o un grupo ciano,

20.

mientras que

Y₁ y Z₁ tienen el mismo significado que se les ha atribuido antes.

34 0050

= 23 =



5. Procedimiento para teñir o estampar material de fibra hidrófobo.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 23 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 de Enero de 1968

p.a.

JAIME ISERN

P. P.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ