

353056



Case 1-2605/Pfe 1⁺

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

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

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para teñir y estampar material fibroso de éster de celulosa en baño único, al líquido de tratamiento utilizado para este fin y asimismo al material fibroso de éster de celulosa teñido y acabado por este procedimiento.

5.

Se sabe que la tela de éster de celulosa puede teñirse con colorantes de dispersión en un baño acuoso y que a la tela teñida puede luego impartirse un acabado apto para el fin perseguido, también en baño acuoso. El

10.

tratamiento en agua tiene, sin embargo, varios inconvenien-

**POOR
QUALITY**



- tes. Por ejemplo, se afecta desventajosamente la estructura del género y la tela adquiere un tacto indeseable. El extenso deterioro del tacto no puede corregirse por completo más adelante, ni siquiera con el uso de mejoradores del
5. tacto. Se ha sugerido ya, por consiguiente, efectuar el teñido en disolventes orgánicos y, después de termofijar los colorantes, aplicar el agente acabador a la tela a partir de disolventes orgánicos, en un segundo baño. Este tratamiento en dos baños adolece todavía, sin embargo, de diversos
10. inconvenientes. Por ejemplo, para lograr tinturas que sean sólidas a los tratamientos húmedos y a la descarga, se necesita añadir coadyuvantes en tales cantidades que suelen acarrear un efecto desventajoso en el acabado deseado. Asimismo, la aplicación ulterior de agentes de acabado a la tela
15. teñida en un baño orgánico puede a veces, según el agente usado, causar una alteración del matiz que vuelve considerablemente más difícil la reproducción de tinturas a la muestra y/o esta aplicación ulterior de agentes de acabado puede afectar perniciosamente a la solidez de la tintura a la luz.
20. Además, la estructura de la fibra puede dañarse a causa de los dos tratamientos térmicos implicados.

Ahora se ha descubierto que pueden evitarse dichos inconvenientes si el material fibroso de éster de celulosa se tife y acaba simultáneamente en un baño único. Por lo

25. tanto, este invento proporciona un procedimiento para teñir



- y acabar material fibroso de éster de celulosa en baño único por impregnación o estampación de este material con una solución que contenga, en combinación, colorante orgánico y agente acabador, además de, optativamente, otros coadyuvantes, en una mezcla de disolventes constituida en esencia por:
5. a) a lo menos 50% en peso de hidrocarburo (optativamente, halogenado) que hierva entre 70 y 150°C y
 - b) a lo sumo 50% en peso de disolvente orgánico miscible en agua, que hierva por debajo de 210°C,
10. y, en el caso de que la solución tintórea se aplique por impregnación, eliminar luego del material fibroso una gran cantidad del líquido de tratamiento en exceso y fijar la tintura o la estampación por medio de termofijación a temperaturas inferiores al punto de reblandecimiento del material fibroso.
- 15.

Dicha impregnación del material fibroso puede efectuarse por técnicas conocidas, por ejemplo fulardeo o estampación.

20. Las tinturas obtenidas por el procedimiento de este invento sobre fibras de éster de celulosa tienen, inesperadamente, buena solidez a los tratamientos húmedos, tales como lavado, enfurtido alcalino, sudor y agua de mar, y buena solidez a la descarga por frote y a la limpieza en seco,
25. muchas veces sin que se requiera ninguna adición de coadyu-



vante que refuercen estas propiedades de solidez, o con cantidades mucho menores de tales coadyuvantes de lo que se necesitaría en los conocidos tratamientos en dos baños.

No hay en la actualidad explicación plausible para este inesperado resultado de usar el procedimiento de baño único conforme a este invento.

Hidrocarburos apropiados que hierven entre 70 y 150°C y que pueden utilizarse como componente a) de las mezclas de disolventes utilizables según el invento son, por ejemplo, los hidrocarburos aromáticos, como el tolueno o el xileno; generalmente, las mezclas de disolventes como los definidos contienen a lo menos 50% en peso de hidrocarburos halogenados (en particular, clorados), como el clorobenceno, y de preferencia hidrocarburos halogenados alifáticos inferiores, como los hidrocarburos clorados (por ejemplo, tetracloruro de carbono, tetracloroetano o dibromoetileno); se prefieren el tri- o el tetra-cloroetileno. Asimismo pueden usarse como componente a) del líquido de tratamiento mezclas de tales disolventes.

Dichos orgánicos miscibles en agua que hierven por debajo de 210°C y que pueden utilizarse como componente b) de la mezcla de disolventes utilizables en el procedimiento de este invento son, por ejemplo, los alcoholes alifáticos monovalentes, como el n- o iso-propanol; los éteres monoalquílicos de alquilenglicol, como el éter monometílico o



- monoetílico de etilenglicol; el alcohol furfurílico o tetrahidrofurfurílico; los alcoholes alifáticos divalentes, como el etilenglicol o el 1,2-propilenglicol; las cetonas alifáticas inferiores, como la acetona; los éteres cíclicos, como el dioxano o el tetrahidrofurano; las amidas de ácidos grasos inferiores; como la dimetilformamida o la dimetilacetamida; las amidas de ácido carbónico, como la tetrametilurea, o las aminas orgánicas terciarias, como la piridina; y asimismo pueden usarse como componente b) del líquido de tratamiento mezclas de tales disolventes. Se prefieren como componente b) de la mezcla de disolventes las amidas de ácidos grasos inferiores, en especial la dimetilacetamida.

- La composición de la mezcla de disolventes depende de la solubilidad de los colorantes y los agentes de acabado que han de usarse. Debe ser tal que exista una solución homogénea, límpida u opalescente. De preferencia, se usan mezclas de disolventes constituidas por 85 a 99,5% en peso de un hidrocarburo halogenado hirviente entre 70 y 150°C y 15 a 0,5% en peso de una amida de un ácido graso inferior.

- Los colorantes orgánicos que pueden usarse según este invento son colorantes solubles en agua y sales colorantes, pero en particular colorantes de dispersión. Pueden pertenecer a cualquier clase de colorantes que se desee. Por ejemplo, pueden ser colorantes azoicos desmetalizados o provistos de metal pesado, lo cual abarca también los



colorantes formazánicos, lo mismo que los colorantes de antraquinona, nitro y metina, en especial los colorantes de estirilo, azoestirilo, naftoperinona, quinofalona, oxazina, 5-amino-8-hidroxi-1,4-naftoquinona o ftalocianina.

5. Los colorantes llamados colorantes ácidos para lana, de la serie azoica y antraquinónica, que contienen un grupo de ácido sulfónico o carboxílico, son particularmente aptos como colorantes solubles en agua para el procedimiento según este invento. En calidad de colorantes azoicos, pueden usarse colorantes monoazoicos o disazoicos ácidos, desmetalizados o provistos de metal pesado; como colorantes azoicos provistos de metal pesado, pueden usarse en particular colorantes monoazoicos provistos de cromo o cobalto, carentes de grupos hidrosolubilizantes ácidos y básicos y que contengan 2 moléculas de colorante azoico ligadas a un átomo de metal. En calidad de colorantes antraquinónicos, cabe señalar especialmente los ácidos 1-amino-4-arilamino-antraquinon-2-sulfónicos.
- 10.
- 15.

20. Como colorantes de dispersión, se prefieren los colorantes desmetalizados azoicos, estirílicos, naftoperinónicos, quinofalónicos, nitro y antraquinónicos que carecen de grupos ácidos formadores de sal.

25. Como sales colorantes solubles se utilizan sales que tengan un catión orgánico coloreado y un anión orgánico no coloreado, sales que tengan un catión orgánico incoloro



- y un anión orgánico coloreado, y sales que tengan un catión orgánico coloreado y un anión orgánico coloreado. La parte coloreada de estas sales colorantes puede tomarse de cualquiera de las clases de colorantes mencionadas antes. Cationes coloreados preferidos son, por ejemplo, los que pertenecen a las series di- o tri-fenilmetánica, rodaminica, oxazínica y tiazínica; estos pueden ser también colorantes azoicos que contengan grupos amónicos cuaternarios, en particular grupos cicloamónicos. Los aniones coloreados de dichas sales colorantes son, por ejemplo, los iones de ácidos carboxílicos de colorante, o, más ventajosamente, de ácidos sulfónicos de colorante o de colorantes complejos metálicos constituidos de un equivalente de metal pesado trivalente, coordinativamente hexavalente, como el cromo o el cobalto, y dos equivalentes de colorantes formadores de complejo metálico bicíclico, por ejemplo de la clase de los colorantes o,o'-dihidroxi- u o-hidroxi-o'-carboxi-azoicos o -azometínicos. Por ejemplo, pueden usarse como tales sales colorantes los productos de precipitación de colorantes di- o tri-fenilmetánicos o rodamínicos con complejos crómicos o cobálticos, optativamente sulfatados, de colorantes o,o'-dihidroxi- u o-hidroxi-o'-carboxi-azoicos. En calidad de cationes incoloros pueden usarse en estas sales los de las aminas orgánicas primarias, secundarias o terciarias de la serie alifática, cicloalifática, aralifática, aromática o hetero-
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



cíclica o de las aminas cíclicas. En las sales que tienen cationes coloreados, se señalan como aniones incoloros principalmente los radicales de ácidos orgánicos, y en particular de ácidos sulfónicos aromáticos ; por ejemplo, los

5. aniones de ácidos alquil-alcoxi-bencensulfónicos.

El líquido de tratamiento que ha de usarse contiene por ejemplo, de 0,1 a 10% en peso de uno o más de los colorantes que se han mencionado, según la profundidad de matiz deseada.

10. Los agentes de acabado que pueden usarse según este invento son, por ejemplo, los que tienen acción repelente del aceite y del agua, presentan efecto deseable sobre el tacto de los materiales fibrosos tratados, imparten propiedades antideslizantes o antiestáticas. reducen la inflamabilidad, aportan efecto bacteriostático o impiden el ataque

15. de los microorganismos, por ejemplo de los hongos. Mediante una elección apropiada, pueden lograrse también al mismo tiempo varios de estos efectos de acabado con un solo agente acabador; por ejemplo, puede lograrse una acción repelente

20. a la vez del aceite y del agua ó repelencia del agua combinada con un tacto pleno y suave. Por otra parte, pueden combinarse entre si varios agentes acabadores a fin de lograr en cada caso los efectos deseados.

Con adición previa para el uso de los agentes acabadores es que ellos, o si se quiere sus mezclas, sean solubles

25.



en la mezcla de disolventes utilizada según el invento. Es ventajoso que los agentes acabadores se añadan en forma líquida al baño de tratamiento, es decir, disueltos en un disolvente orgánico cualquiera o en la mezcla de disolventes que se desee.

5. Agentes acabadores aptos para el procedimiento de tinción y acabado en baño único que se ha expuesto antes son, por ejemplo, los siguientes:
- a) Un producto de condensación de formaldehído con urea o con melamina, en una proporción molar de 1,5 a 4,5, aproximadamente, del primer reactivo por grupo amínico en la urea o la melamina, en el que uno a lo menos de los grupos metilolamínicos resultantes está: (I) esterificado por un radical carboxílico alifático de 8 a 22 átomos de carbono;
10. o (II) eterificado con un radical hidrocarburo alifático de 8 a 22 átomos de carbono; o (III) eterificado con un radical de la fórmula $R-CO-NH-CH_2-$, en la que R representa un radical hidrocarburo alifático de 7 a 21 átomos de carbono,
15. mientras que parte, a lo menos, de los demás grupos metilólicos están eterificados con alquilo inferior.
- 20.

El método para preparar tales productos de condensación está descrito en la patente inglesa Nº 726.661, publicada el 23 de Marzo de 1955; en la solicitud alemana abierta a inspección pública Nº 1.233.874, publicada el 9 de Febrero de 1967, y en la solicitud alemana abierta a inspección pública Nº 1.044.402, publicada el 20 de

25.



Noviembre de 1958.

Estos productos de condensación imparten al material fibroso tratado con ellos un efecto hidrófobo limitado y un tacto agradable, que puede variarse con el uso complementario de compuestos grasos, tales como parafina, grasa

5. (por ejemplo, ésteres glicerólicos de ácido graso superior) o ceras (por ejemplo, ésteres miristílicos o cetílicos de ácidos grasos superiores .

- b) Un producto de condensación como el definido en a) y esterificado como en (II), condensado simultáneamente con 10. 0,5 a 10 moles, aproximadamente, de un ácido dicarboxílico libre, alifático o aromático, de 4 a 12 átomos de carbono (en especial, ácido maléico o ftálico) o del anhídrido de un ácido de esta índole. Un método para producir estos 15. productos de condensación se describe en la patente suiza Nº 388.901, publicada el 30 de Junio de 1965.

- En este producto final pueden condensarse además alrededor de 0,2 a 0,6 moles de un ácido monocarboxílico alifático de 8 a 22 átomos de carbono por mol de melamina, 20. como se describe en el Ejemplo 2 de dicha patente suiza.

Estos productos de condensación imparten al material fibroso tratado con ello buena repelencia al agua y un tacto agradable, que puede variarse con los compuestos grasos mencionados antes.

25. Aplicando al material fibroso productos de conden-



- sación como los definidos en a) o b), sin compuesto graso o con compuesto graso, junto con un alcoholato de un alcohol inferior o un alcandiol inferior y un metal trivalente o tetravalente de los grupos III o IV del Sistema Periódico de Mendeleiev en especial aluminio, titanio o circonio,
5. se mejora todavía el efecto de repelencia del agua.

La preparación de tales alcoholatos se describe, por ejemplo, en la solicitud de patente alemana C 1891

- IVa/12 o, publicada el 16 de Agosto de 1951; y en las solicitudes alemanas expuestas a inspección pública N° 1.116.412, publicada el 2 de Noviembre de 1961, N° 1.114.176, publicada el 28 de Septiembre de 1961, y N° 1.076.110, publicada el 25 de Febrero de 1960.
- 10.

- c) Organopolisiloxanos utilizados como agentes acabadores textiles en el procedimiento según este invento, que imparten a las fibras de éster de celulosa tratadas con ellos un tacto suave y un efecto hidrófobo limitado; polisiloxanos de este tipo son en especial los hidropolisiloxanos de metilo, los polisiloxanos de dimetilo o las mezclas de ambos tipos de polisiloxanos.
- 15.
- 20.

- Estos organopolisiloxanos se preparan por métodos conocidos; por ejemplo, tal como se describe en la patente alemana N° 925.225, publicada el 5 de Agosto de 1954, o en la patente alemana N° 864.152, publicada el 20 de Marzo de 1952.
- 25.



La repelencia al agua impartida al material fibroso por el uso de dichos organopolisiloxanos puede mejorarse fundamentalmente por la aplicación conjunta de catalizadores del endurecimiento conocidos; por ejemplo:

5. (A) un alcoholato de un alcanol inferior o de un alcandiol inferior y un metal trivalente o tetravalente de los grupos III o IV del Sistema Periódico de Mendeleiev, en especial aluminio, titanio o circonio, cuya preparación se ha detallado antes;
10. (B) un alcoholato como en (A), en el que un grupo alcoxílico, a lo menos, ha sido substituido por un grupo aciloxílico de un ácido graso de 6 a 22 átomos de carbono.
La producción de este tipo de catalizadores de endurecimiento se describe, por ejemplo, en la solicitud de patente alemana F 10 490 IVc/8k, publicada el 23 de Febrero de 1956, en la solicitud de patente alemana expuesta a inspección pública N° L.123.308, publicada el 8 de Febrero de 1962, en la patente alemana N° 1.041.942, publicada el 30 de octubre de 1958, o en la patente alemana N° 880.292, publicada el 16 de Octubre de 1952.
- 15.
- 20.
25. (X) Un producto de condensación de (i) alcoholatos de metales trivalentes o tetravalentes (en especial, aluminio, circonio o titanio) y alcanoles o alcandioles de 2 a 6 átomos de carbono, o éteres monoalquílicos inferiores de dichos alcandioles, y (II) formaldehido, en una proporción



molar de (I):(II) del orden de 1:1 a 1:10.

Estos productos de condensación pueden estabilizarse contra las precipitaciones causadas por la humedad añadiéndoles un jabón metálico de un ácido graso de

5. 5 átomos de carbono a lo menos (y preferentemente de 6 a 18 átomos de carbono) y un metal divalente, trivalente o tetravalente (como el magnesio, el calcio, el estroncio, el bario, el zinc, el aluminio, el titanio, el estaño, el plomo o el manganeso), en particular octoato de aluminio, octoato
10. de bario, octoato de magnesio, octoato de plomo, octoato de estaño, octoato de zinc, oleato de bario, oleato de calcio, oleato de manganeso, laurato de calcio, laurato de zinc, estearato de aluminio, estearato de magnesio, estearato de zinc, estearato de titanio y estearato de estroncio, en can-
15. tidad de 0,06 a 1 mol de dicho jabón metálico por 1 mol del producto de condensación mencionado antes.

La preparación de tales productos de condensación está descrita en las solicitudes de patentes alemanas

20. C 41 896 IVc/8k, depositada el 29 de Marzo de 1967, y V 42 529 IVa/12g, depositada el 6 de Junio de 1967.

() Compuestos organoestánnicos, tales como el diacilato diorganoestánnico, según se describe en la solicitud de patente alemana expuesta a inspección pública N^o 1.225.640, publicada el 29 de Septiembre de 1966.

25. () Sales de zinc con un ácido graso orgánico de



6 a 12 átomos de carbono.

d) Compuestos grasos tales como las parafinas, los aceites, las ceras, las grasas o los ésteres de ácidos grasos superiores con alcoholes inferiores, y sus mezclas. Estos
5. compuestos son aptos para mejorar el tacto de los materiales fibrosos.

e) Los productos de condensación de alcoholatos como los definidos antes en c) con formaldehído, sin estabilizar o estabilizados por adición o condensación de jabones metá-
10. licos como los mencionados antes en c) γ). Estos productos son de por sí aptos como agentes antideslizantes. El tacto del material fibroso puede variarse por la aplicación conjunta de compuestos grasos como los definidos en d),

f) Polimerizados o mezclas de polimerizados como los de
15. etileno y propileno (según se describe en la solicitud de patente alemana expuesta a inspección pública Nº 1.090.628, publicada el 13 de Octubre de 1960), de éster de acrilato o metacrilato o ésteres de alcohol vinílico con ácidos grasos inferiores (según se describe en la patente alemana
20. Nº 626.920, publicada el 5 de Marzo de 1936), o sus copolimerizados con acrilonitrilo (según se describe en la patente alemana Nº 653.084, publicada el 13 de Noviembre de 1937), ésteres de metacrilato de alcoholes superiores (según se describe en la solicitud alemana Nº 1.002.281, publicada el
25. 14 de Febrero de 1957), estireno o sus derivados (según se



- describe en la patente alemana N° 534.636, publicada el 23 de Septiembre de 1931, y la solicitud alemana N° 1.088.019, publicada el 1 de Septiembre de 1960), copolimerizados de estireno y derivados de estireno, por ejemplo con butadieno,
5. copolimerizados de monoésteres de ácidos alfa,beta-etilendicarboxílicos con monómeros copolimerizables (según se describe en la patente alemana N° 1.077.631, publicada el 17 de Marzo de 1960), terpeno (según se describe en la patente francesa N° 1.185.745, expedida el 16 de Febrero
10. de 1959) y otros polimerizados y copolimerizados, por ejemplo de cloruro de vinilo y éter isobutílico de vinilo, siempre que sean solubles en los disolventes orgánicos. Estos polimerizados se usan para impartir al material fibroso un tacto más pleno.
15. g) Compuestos orgánicos que contienen una "cola" de perfluorocarbono de 4 a 12 átomos de carbono completamente fluorados, como los copolimerizados de ésteres de acrilato y metacrilato de perfluoro-alcan-sulfonamido-alcanoles con otros monómeros copolimerizables, según se describe en
20. la patente norteamericana N° 2.803.615, publicada el 20 de Agosto de 1957. Los copolimerizados obtenidos se coagulan, secan y disuelven en una mezcla de ésteres carboxílicos (por ejemplo, acetato de butilo) e hidrocarburos halogenados. Estos compuestos son aptos para impartir al material fibroso
25. propiedades de repelencia al aceite y al agua.



- Otros agentes de acabado aptos para impartir repelencia al aceite y al agua son los aductos de perfluoroalcan-sulfonamido-alcanoles que tienen en la molécula una "cola" de perfluorocarbono de 4 a 12 átomos de carbono completamente fluorados a mono-, di- o poli-isocianatos de la serie
5. alifática, aromática o aralifática. La repelencia al agua que así se obtiene puede mejorarse haciendo reaccionar dichos compuestos fluorados y di- o poli-isocianatos con un alcohol alifático superior. Este tipo de compuestos de flúor se
10. describe en la patente inglesa Nº 999.795, publicada el 28 de Julio de 1965, y en la patente austríaca Nº 254.128, publicada el 10 de Mayo de 1967. Son además aptos como tales agentes de acabado los polimerizados de ésteres de acrilato o metacrilato con alcanoles fluorados inferiores, como el
15. hexafluoro-isopropanol.

h) Esteres de ácido graso superior y pentaclorofenol, que imparten al material fibrosos tratado con ellos propiedades fungistáticas.

- i) Productos de condensación, neutralizados o acidificados, de éteres poliglicídílicos con poliaminas. La preparación de estos productos, que imparten al material fibroso propiedades antiestáticas, se describe en la solicitud suiza Nº 3702/65, publicada el 14 de Julio de 1961. Estos productos de condensación se llevan hasta un gran contenido de sólido y se mezclan con un agente de emulsión apropiado,
- 20.



por ejemplo una sal amónica orgánica de un ácido sulfónico orgánico.

5. j) Compuestos orgánicos que contienen fósforo, por ejemplo alil-bis-(dibromopropil)-fosfato o dialil-dibromo-propil-fosfato polimerizados, copolimerizados de estos compuestos, o sus mezclas. Estos agentes de acabado son aptos para impartir al material fibroso propiedades incombustibilizantes.

10. k) Derivados de 1,3-difenil-urea como los descritos en patente norteamericana N° 2.745.874, expedida el 15 de Mayo de 1956; usados como agentes de acabado en el procedimiento según este invento, imparten al material fibroso propiedades bacteriostáticas.

15. Según el efecto deseado, los baños de tratamiento según este invento contienen, por ejemplo, de 0,1 a 10% en peso de uno o más de los agentes de acabado.

20. Si es preciso, el baño de tratamiento puede contener también espesantes, ventajosamente los que son solubles en la mezcla de disolventes que se ha definido, por ejemplo espesantes a base de ésteres de celulosa o ésteres de polivinilo, y/o pequeñas cantidades de coadyuvantes, tales como surfactantes, que garantizan la perfecta solidez a la descarga de las tinturas a los estampados. En particular, los tensiuros no ionógenos, en especial los éteres y los ésteres de polietilenglicol constituidos por un radical hidrocarburo
25. alifático superior o el radical acílico de un ácido graso



- superior con una cadena de carbono de 8 a 20 átomos de carbono o un radical fenílico substituido por alquilo, cuya cadena alquílica tiene de 6 a 12 átomos de carbono, y una cadena de poliéter compuesta de unos 2 a 20 grupos etileno-
5. licos, han demostrado ser eficaces. Son preferentemente productos de condensación de 1 mol de un alcohol graso superior o de un ácido graso superior de 10 a 18 átomos de carbono con 4 a 10 moles de óxido de etileno, tales como el éter monolaurílico, monoestearílico o monooleílico de penta-
 10. hepta- o deca-etilenglicol, o el monoéster de ácido esteárico u oléico con penta-, hepta- o deca-etilenglicol. Asimismo son aptos como tensiuros otros éteres poliglicólicos de propiedades emulgentes, tales como los éteres alquilfenol-poliglicólicos superiores, por ejemplo el éter monononilfenólico
 15. de pentaetilenglicol o el éter monononilfenólico de tri-(1,2-propilenglicol), o los éteres poliglicólicos que contienen nitrógeno básico, por ejemplo también los éteres poliglicólicos de di- y poli-aminas alifáticas de alquilación superior o acilación superior. También pueden usarse como tensiuros
 20. amidas de ácidos monocarboxílicos alifáticos que contengan a lo menos un radical lipófilo con aminas primarias o secundarias que contengan a lo menos un grupo hidroxialquílico inferior, en particular las mono- o di-hidroxi-etilamidas de ácido graso de coco, si se quiere en mezcla con los éteres
 25. poliglicólicos mencionados antes.



Se prefieren los éteres monocleílicos de polietilenglicol que tienen de 4 a 10 grupos etileno-xílicos.

- Si el uso de tales coadyuvantes resulta necesario, lo cual depende del tipo del agente de acabado, bastan por lo general cantidades hasta el 0,5% en peso, calculado respecto al peso total del líquido de tratamiento.
- 5.

Una modalidad preferida del procedimiento según este invento comprende:

- (a) impregnar dicho material fibroso con una solución acuosa en esencia, límpida u opalescente, de:
- 10.
- (A) colorante orgánico del que 0,5 g, a lo menos, sean solubles en cada kilogramo del material fibroso en cuestión, en cantidad suficiente para tener dicho material en la profundidad deseada,
- 15.
- (B) agente acabador textil en cantidad suficiente para impartir a dicho material fibroso un grado deseado de acabado, en
- (C) una mezcla de disolventes constituida en esencia por:
- (I) 50 a 99,5% en peso de hidrocarburo no halogenado o halogenado, que tenga un punto de ebullición entre 70 y 150°C, y
- 20.
- (II) 50 a 0,5% en peso de disolvente orgánico miscible en agua, que tenga un punto de ebullición superior a 100°C e inferior a 210°C.
- 25.
- (D) 0 a 1% en peso de agua
- (E) 0 a 0,5% en peso de otros coadyuvantes,



(b) retirar mecánicamente todo exceso de solución y
(c) termofijar el colorante sobre el material fibroso impregnado o en el material fibroso impregnado, a temperatura por debajo del punto de reblanecimiento de este último material,

5. siendo compatibles entre sí y solubles, a lo menos coloidalmente, en la citada mezcla de disolventes, tanto dicho colorante orgánico como dicho agente acabador textil.

10. Como material fibroso que puede teñirse o estamparse y acabarse en baño único según este invento, se entiende el constituido por ésteres de celulosa, de preferencia triacetato de celulosa y, particularmente, 2.1/2-acetato de celulosa. El material fibroso en cuestión puede teñirse y acabarse en cualquier forma que se desee, por ejemplo
15. en forma de copos, de mecha, de hilaza o, preferentemente, de tela, e igualmente en forma de telas mixtas.

- El material fibroso de éster de celulosa se impregna, por ejemplo mediante estampación o rociado, pero de preferencia mediante fulardeo. En este último caso, es ventajoso hacer pasar el material fibroso continuamente por el líquido de tratamiento a la temperatura ambiente y luego exprimirlo hasta el contenido deseado de líquido de tratamiento, que es de un 30 a 150% en peso (calculado respecto al peso del género). Luego se extrae la mayor parte de la
20. mezcla de disolventes que queda en el material fibroso, con
- 25.



ventaja por secado suave a 40-100°C y a ser posible en una corriente de aire caliente seco. Después de este proceso de secado, los agentes acabadores pueden estar ya plenamente fijados y el colorante no fijado. Este estado se reconoce con facilidad por la solidez insuficiente a la limpieza en seco o al frote de la tintura aparente.

5.

Sobre el material fibroso, del que ya se ha eliminado el exceso de líquido de tratamiento y que, si se desea, se ha secado ya, se fija el colorante por termofijación a temperaturas de 170°C a lo menos, y preferentemente de 185 a 210°C, pero inferiores al punto de reblanecimiento del material fibroso. Para la termofijación son aptos el aire caliente, el calor de contacto, un tratamiento con corrientes alternas de altas frecuencia o la irradiación

10.

infrarroja,

15.

El tiempo que requiere el material fibroso para teñirse en el baño de tratamiento, el tipo de secado del material impregnado y la duración y la temperatura de la termofijación dependen de la composición del líquido de tratamiento, y en particular de la mezcla de disolventes.

20.

Todas las medidas y condiciones deben ajustarse entre si de modo que se logre suficiente hinchazón de la fibra para prender el colorante pero manteniendo la estructura de la fibra. Las condiciones más favorables para un aparato determinado pueden establecerse con facilidad mediante una

25.



operación de prueba.

- Cuando se usa un baño de tratamiento preferido que contiene como mezclas de disolventes, por ejemplo, de 85 a 95% en peso de tricloroetileno y 15 a 5% en peso de metanol, o 95 a 99,5% en peso de tetracloroetileno y 5 a 0,5% en peso de dimetilacetamida, el tiempo que requiere el material fibroso de éster de celulosa en el baño de tratamiento es de 0,1 a 20 segundos aproximadamente y, de preferencia, de 0,1 a 2 segundos; la duración, por ejemplo, del tratamiento de calor seco en una corriente de aire de 170 a 220°C es con ventaja de 10 a 120 segundos.

- Las mezclas de disolventes que permiten teñir y acabar el sensible material de 2.½-acetato de celulosa y triacetato de celulosa sin perjuicio para las fibras y que aportan una buena y uniforme solidez al grote al par que mantienen el tacto dúctil y voluminoso, están constituidas por 95-99,5% en peso de un hidrocarburo alifático inferior clorado (como el tetracloroetileno/el tricloroetileno) y 5 a 0,5% en peso de una amida, monoalquilamida o dialquilamida de un ácido graso inferior (en particular, por ejemplo, dimetilacetamida), y la mezcla puede contener hasta el 0,5% en prso de uno de los surfactantes que se han mencionado.

- El procedimiento según este invento permite teñir los materiales fibrosos de éster de celulosa, y en particular los hechos de 2.½-acetato de celulosa, con matices pálidos hasta muy profundos y, al mismo tiempo, acabarlos.



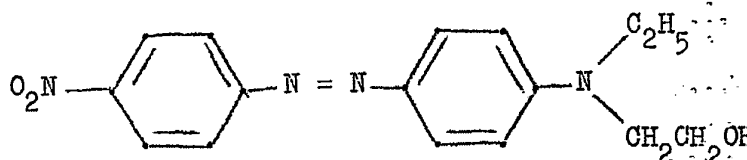
- A causa del procedimiento de baño único en mezclas de disolventes orgánicos, se conserva el tacto original, voluminoso y pleno, del material textil. Aunque según el procedimiento del invento se usan hasta cierto punto los mismos disolventes
5. que se emplean para la limpieza en seco de estos géneros textiles, tales tinturas tienen buena solidez a la limpieza en seco. Además son buenas las otras propiedades de solidez, tales como solidez a la humedad, a la luz y al frote. Las tinturas se distinguen por excelente uniformidad y gran
10. intensidad de colorido, lo cual es sorprendente porque, después del proceso de teñido, la mayor parte de los agentes acabadores están completamente fijados. Además, en el procedimiento de baño único resulta por lo general superfluo añadir un coadyuvante para impartir propiedades óptimas de
15. solidez al frote y es posible reproducir un matiz determinado exactamente según la muestra. Los matices obtenidos son idénticos para todos los fines prácticos a los que se obtienen sin efecto de acabado.
20. Comparado con los procedimientos que se han utilizado hasta ahora, el procedimiento de baño único según este invento resulta más económico. Por último, es importante que los disolventes usados puedan recuperarse casi por completo y reciclizarse a la operación de teñido; así pues, en contraste con los procedimientos conocidos antes, no surge el
25. problema de la purificación del efluente. Tampoco son necesarios baños de enjuague.



Los ejemplos que siguen ilustran el invento. En estos ejemplos las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1

5. Se disuelven 5 g del colorante de la fórmula



10. en unos 800 g de una mezcla de disolventes constituida por 767 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (relación molar, alrededor de 1:7,5). Para completar hasta 1000 g el peso del baño así obtenido, se añade una solución de 19 g de un producto de condensación (exento de parafina) de melamina, paraformaldehído, anhídrido ftálico, ácido esteárico y, en vez del octanol,
15. doble cantidad de alcohol octadecílico (obtenido por el método descrito en la patente suiza N° 388.901 Ejemplo 2) en unos 100 g de tetracloroetileno. Con la solución tintórea clarificada se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el género
20. hasta una retención de líquido del 100 % aproximadamente de su peso en seco y se seca la tela impregnada, en una corriente de aire caliente a 40-80°. Luego se termofija la



tintura por 100 segundos mediante irradiación infrarroja a 190-210°.

5. Se obtiene una tintura roja intensamente coloreada, igual y bien desarrollada, que tiene buena solidez a la limpieza en seo y al sudor. La tela presenta un tacto suave y dúctil y un efecto hidrófobo limitado. La tela sale al mismo tiempo provista de buenas propiedades fungicidas si se añaden al baño 20 g de éster pentaclorofenólico de ácido láurico.

10. Si en este Ejemplo se usa, en lugar de 30 g de dimetilacetamida, uno de los disolventes miscibles en agua que se mencionan en la columna 2 de la Tabla I que sigue, en la cantidad indicada en la columna 3 y procediendo en lo demás tal como se ha expuesto en este Ejemplo, se obtienen también sobre tela de 2.1/2-acetato de celulosa tinturas iguales y bien desarrolladas, de color escarlata, que tienen propiedades de solidez y efectos de acabado igualmente buenos.

15.



TABLA I

Ejemplo N°	Disolventes miscibles en agua	Cantidad (en g)
2	isopropanol	100
3	alcohol bencílico	100
4	n-butanol	80
5. 5	éter monometílico de etilenglicol	90
6	alcohol tetrahidrofurfurílico	90
7	etilenglicol	50
8	1,2-propilenglicol	60
9	dioxano	100
10. 10	dietylformamida	100
11	dimetylformamida	30
12	piridina	50

15. Si en los Ejemplos 1 a 12 se usa la misma cantidad de uno de los hidrocarburos o los hidrocarburos clorados reseñados en la columna 2 de la Tabla II que sigue, en lugar del tetracloroetileno, y se procede en lo demás tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, se obtienen también sobre tela de 2.1/2-acetato de celulosa tinturas rojas iguales y bien desarrolladas con un tacto correspondiente.

20.



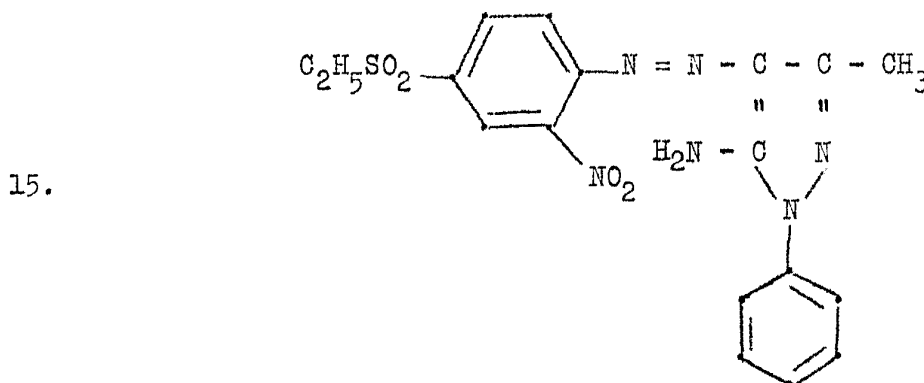
TABLA II

Ejemplo N°	Hidrocarburo o hidrocarburo clorado buro clorado
13	tolueno
14	xileno
15	tricloroetileno
16	tetracloruro de carbono

Si en los ejemplos 1 a 16 se usa triacetato de celulosa en lugar de 2.1/2-acetato de celulosa y se sigue en los demás el mismo procedimiento, se obtienen tinturas rojas bien desarrolladas e intensamente coloreadas sobre el material de fibra en cuestión, que tiene efectos de acabado correspondientes.

EJEMPLO 17

Se disuelven 5 del colorante de la fórmula





- en unos 800 g de una mezcla de disolventes constituida por 767 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (relación molar, alrededor de 1:7,5). Para
5. completar hasta 1000 g el peso del baño así obtenido, se añade una solución de 9 g de un producto de condensación, exento de parafina, hecho a base de melamina, paraformaldehído, anhídrido ftálico, ácido esteárico y, en lugar del octanol, doble cantidad de alcohol octadecílico (obtenido
10. por el método descrito en la patente suiza N^o 388.901, Ejemplo 2) en unos 100 g de tetracloroetileno. Con la solución tintórea clarificada se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime luego el género hasta una retención de líquido del 100 %
15. aproximadamente de su peso en seco y se seca en una corriente de aire caliente, a 40-80°, la tela impregnada. Luego se termofija la tintura por 100 segundos mediante irradiación infrarroja a 190-210°.

- Se obtiene una tintura amarilla, igual y bien desarrollada, de gran profundidad de color y buena solidez
20. a la limpieza en seco (que, evaluada por la prueba SNV N^o 95825/1957, resulta por lo menos un 20% mejor que la obtenida con un procedimiento de dos baños) y al sudor. La tela tiene un tacto dúctil y suave y un efecto hidrófobo
25. limitado. La tela presenta al mismo tiempo buenas pro-

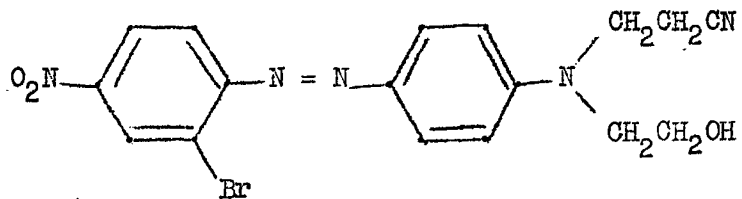


piedades fungicidas si se añaden al baño 20 g de éster pentaclorofenólico de ácido láurico.

5. Cuando las tinturas acabadas anteriores se comparan con tinturas acabadas sobre tela de 2.1/2-acetato de celulosa que se han teñido primeramente con el colorante anterior y luego se han acabado en un baño ulterior de disolvente orgánico y el agente acabador precedente, el índice de hidrofobia de las tinturas obtenidas por el procedimiento de baño único del Ejemplo anterior, cuando se las somete a la prueba AATCC N° 22-1952, es un 40% mejor que el de las tinturas obtenidas por el método de los dos baños.

EJEMPLO 18

15. Se repite el Ejemplo 17, pero con 3 g del colorante de la fórmula



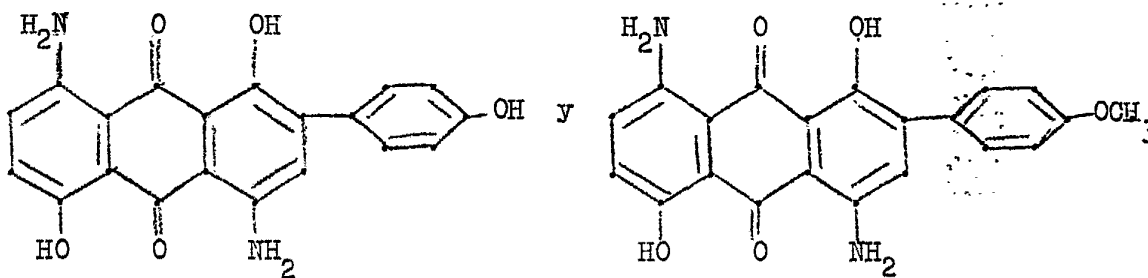
20. en lugar de los 5 g del colorante del Ejemplo 17. Se obtienen sobre fibras de 2.1/2-acetato de celulosa tinturas rojas que presentan mejor solidez a la limpieza en seco, al sudor, al lavado con jabón y agua a 40° y especialmente



una solidez a la luz alrededor del 100% mejor que en las tinturas obtenidas con el mismo colorante y el mismo agente acabador aplicados en soluciones orgánicas separadas por tratamiento consecutivo.

5. EJEMPLO 19

Se repite el Ejemplo 17, pero con 2 g de una mezcla de los colorantes de las fórmulas



10. en una relación ponderal de 1:1 aproximadamente, con lo cual se obtienen sobre fibras de 2.1/2-acetato de celulosa tinturas azules que tienen mejor solidez al sudor, muestran mejor efecto hidrófobo y, especialmente, una solidez al lavado 50% mejor (evaluada según la prueba SNV
15. N° 95811/1961) que las tinturas obtenidas en un tratamiento de tinte y acabado en dos etapas.

Repitiendo los Ejemplos 1 a 19, pero usando, en lugar de los colorantes mencionados en ellos, cada uno de los reseñados en la columna 2 de la Tabla III que sigue



aplicando el procedimiento que se ha expuesto en este Ejemplo, se obtienen también sobre 2.1/2-acetato de celulosa tinturas bien desarrolladas, intensamente coloreadas y de propiedades de solidez igualmente buenas, con los matices que se indican en la columna 3 de la Tabla. Las telas tienen un tacto liso agradable.

TABLA III

Ejemplos N°	colorante	matiz 2.1/2-acetato de celulosa
20		amarillo verdoso
21		anaranjado amarillento
22		anaranjado



Ejemplos N ^o	colorante	matiz 2.1/2 -acetato de celulosa
23		escarlata
24		rojo
25		amari- llo ro- jizo
26		amari- llo
27		amarillo verdoso



Ejemplos N ^o	colorante	matiz 2.1/2- -aceta- to de celulo- sa
28		amarillo
29		amarillo verdoso
30.		azul



EJEMPLO 31

- En unos 800 g de una mezcla de disolventes constituida por 767 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (relación molar, alrededor de 1:7,5) se disuelven 5 g del mismo colorante amarillo que se usó en el Ejemplo 17 y se añaden 150 g de una solución constituida por 100 g de tetracloroetileno y 50 g de una mezcla de : (α) un producto de condensación como el usado en el Ejemplo 17, (β) cera de parafina y (γ) titanato de tetra-n-propilo, que contiene 16,5% de titanio, en una relación ponderal de (α):(β):(γ) 1:2:1,5.
- 5.
- 10.

- Con la solución tintórea clarificada, de color amarillo intenso, se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el exceso de líquido de tratamiento hasta la retención del 100% del peso en seco del género y se seca en una corriente de aire caliente, a 40-80°, la tela impregnada. Luego se termofija la tintura por 60 segundos mediante irradiación infrarroja a 180-210°.
- 15.
- 20.

Se obtiene una tintura amarilla igual y bien desarrollada, que tiene buena solidez a la limpieza en seco y al sudor. La tela presenta muy buenas propiedades de repelencia al agua y tiene un tacto liso agradable.



Resultados igualmente buenos se obtienen substituyendo el titanato de tetra-n-propilo utilizado en este Ejemplo 31 por una cantidad equivalente de butilato de circonio y procediendo en lo demás de la misma manera que se ha descrito en el Ejemplo.

Si se sigue el procedimiento del Ejemplo pero el tinte y el acabado no se efectúan simultáneamente, sino por separado en dos baños diferentes, las tinturas no resultan sólidas, sobre todo no son sólidas al frote ni a la limpieza en seco. Para lograr tinturas que tengan buenas propiedades de solidez a la humedad y al frote, hay que añadir al primer baño un coadyuvante, por ejemplo un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (relación molar, alrededor de 1:7,5). Sin embargo, este coadyuvante imparte a la tela propiedades humectantes que no pueden compensarse del todo por un acabado correspondiente, en un segundo baño, del material teñido, de modo que se obtienen tinturas con un efecto de repelencia al agua mucho peor.

20. EJEMPLO 32

Utilizando, en lugar del colorante empleado en el Ejemplo 31, 3 g del colorante rojo empleado en el Ejemplo 18 y siguiendo en lo demás el procedimiento del Ejemplo 31, se obtiene una tintura roja de muy buenas propiedades de re-



pelencia al agua y de tacto liso agradable.

EJEMPLO 33

Utilizando, en lugar del colorante empleado en el Ejemplo 31, 3 g del colorante empleado en el Ejemplo 19 y procediendo en lo demás según el Ejemplo 31, se obtiene una tintura azul de muy buenas propiedades de repelencia al agua y tacto liso y agradable.

EJEMPLO 34

Se añaden 5 g del mismo colorante amarillo que se usó en el Ejemplo 17 a 150 g de una solución constituida por 100 g de tetracloroetileno y 50 g de una mezcla de: (A) un producto de condensación como el usado en el Ejemplo 17, (B) cera de parafina y (C) titanato de tetra-n-propilo, que contiene alrededor de 16,5% de titanio, en una relación ponderal de (A):(B):(C) 1:2:1,5, y se disuelven 50 g de una solución al 30% de un copolimerizado de cloruro de vinilo/éter isobutílico de vinilo, disuelto en un disolvente mixto constituido por 1 volumen de acetato de butilo y 1 volumen de 1,1,1-tricloroetano, en 800 g de una mezcla de disolventes constituida por 767 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida, más 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de



etileno (relación molar, alrededor de 1:7,5).

5. Con la solución tintórea clarificada, de color amarillo, intenso se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el exceso de líquido de tratamiento hasta la retención del 100 % del peso en seco del género y se seca en una corriente de aire caliente, a 40-80°, la tela impregnada. Luego se termofija la tintura por 60 segundos mediante irradiación infrarroja a 180-210°.
10. La tela teñida que así se obtiene tiene una solidez a la descarga (prueba SNV N° 95831/1957) 30% mejor, una solidez al sudor (prueba SNV N° 95824/1961) 30% mejor y una solidez al lavado (prueba SNV N° 95811/1961) 40 a 50% mejor que la de las telas teñidas obtenidas fulardeando primeramente con un baño tintóreo orgánico y acabando a continuación en un baño orgánico de apresto.
- 15.

EJEMPLO 35

20. Se repite el Ejemplo 34, pero empleando 3 g del colorante rojo del Ejemplo 18 en lugar del colorante amarillo.

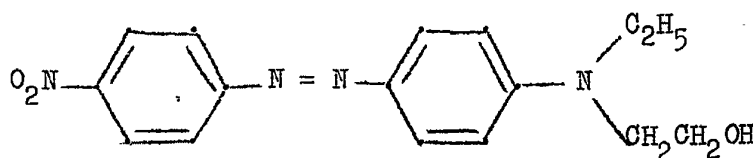
Se obtienen telas teñidas de rojo, con propiedades igualmente buenas que las de las tinturas amarillas del Ejemplo 34. Estas tinturas rojas tienen una solidez al



sudor (prueba SNV N° 95824/1961) alrededor del 20% mejor que la de las tinturas rojas obtenidas por un tratamiento de tinte y acabado en dos etapas.

EJEMPLO 36

5. Se disuelven 5 g del colorante de la fórmula



10. en 888 g de una mezcla de disolventes constituida por 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de 2-metoxi-etanol. Como agente de endurecimiento se añaden 80 g de una solución al 25% de un producto de condensación a base de ácido esteárico, paraformaldehído y melamina (producido según el Ejemplo 1 de la solicitud de patente alemana N° 1,044,402 o, sin el uso de la trietanolamina, según el Ejemplo 1 de la patente suiza N° 374830, mezclado con parafina (de punto de fusión 52-54°) en la proporción de 1:1 en tricloroetileno, y 20 g de una solución al 50% de isopropilato de circonio en isopropanol. Con la solución tintórea clarificada, de intenso color rojo, se impregna tela de triacetato de celulosa, que luego se seca tal como se ha descrito en el Ejemplo 1 (retención de líquido, alrededor del 80%
15. La tela impregnada y secada se termofija luego por 90 se-
- 20.



gundos en una corriente de aire caliente a 220°.

Se obtiene una tintura escarlata igual y bien desarrollada, que tiene buena solidez a la limpieza en seco. Además de presentar buena repelencia al agua, la tela se distingue por un tacto pleno y agradable.

5.

Utilizando, en vez de los 20 g de solución al 50% de isopropilato de circonio, 20 g de una solución al 25% de ácido maléico en isopropanol, como agente de endurecimiento, y siguiendo el procedimiento que se ha descrito en este Ejemplo, se obtienen tinturas acabadas de propiedades igualmente valiosas.

10.

EJEMPLO 37

3 g del mismo colorante rojo que se ha usado en el Ejemplo 16 y se disuelven en 877 g de una mezcla de disolventes constituida por 847 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida. Como agente de endurecimiento, se añaden 100 g de una solución al 25% de un producto de condensación a base de ácido esteárico, paraformaldehído y melamina (producido según la solicitud de patente alemana N° 1.044.402, Ejemplo 1), mezclado con parafina (de punto de fusión 52-54°) en proporción de 1:1 en tricloroetileno y 20 g de una solución al 50% de isopropilato de circonio en isopropanol. Con la solución tintórea clarificada, de intenso color rojo, se impregna de triacetato de celulosa,

15.

20.



que se seca luego tal como se ha descrito en el Ejemplo 1 (retención de líquido, alrededor del 80%). La tela impregnada y secada se termofija luego por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 220°.

5. Se obtiene una tintura roja igual y bien desarrollada, que tiene buenas propiedades de solidez, y en especial, buena solidez al sudor. Además de presentar buena repelencia al agua, la tela se distingue por un tacto pleno y agradable.
10. Utilizando, en lugar de los 20 g de solución al 50% de isopropilato de circonio, 20 g de una solución al 25% de ácido maléico en isopropanol y siguiendo el procedimiento que se ha descrito en este Ejemplo, se obtienen tinturas acabadas de propiedades igualmente valiosas.
15. Utilizando en este Ejemplo 37, en lugar del 10% en peso de metanol, la misma cantidad de uno de los disolventes miscibles en agua que se mencionan en la Tabla IV que sigue, columna 2, y procediendo en lo demás tal como se ha indicado en este Ejemplo, se obtienen también sobre
20. tela de triacetato de celulosa tinturas de color escarlata, iguales y bien desarrolladas, que presentan solidez igualmente buena a la limpieza en seco. La tela tiene muy buena repelencia al agua y un tacto pleno y grato.



TABLA IV

Ejemplo N°	disolventes miscibles en agua
38	n-propanol
39	isopropanol
40	n-butanol
5. 41	éter monometílico de etilenglicol
42	alcohol tetrahidrofurfurílico
43	etilenglicol
44	1,2-propilenglicol
45	dioxano
10. 46	dietilformamida
47	dimetilformamida
48	piridina

15. Utilizando en los Ejemplos 37 a 48, en lugar de los 847 g de tetracloroetileno, la misma cantidad de uno de los hidrocarburos o hidrocarburos clorados que se mencionan en la columna 2 de la Tabla V que sigue y procediendo en lo demás igual que se ha indicado en el Ejemplo 37, se obtienen también sobre tela de triacetato de celulosa tinturas rojas iguales y bien desarrolladas.



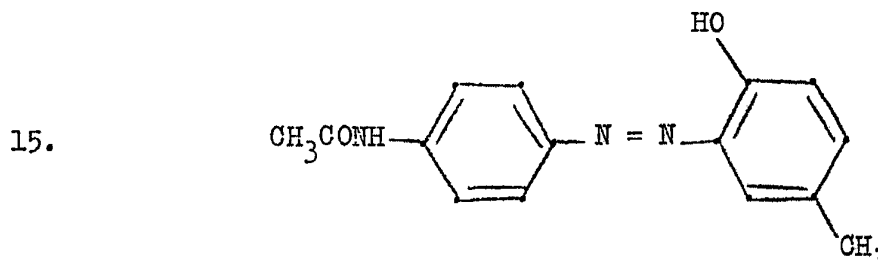
TABLA V

Ejemplo N°	hidrocarburo o hidrocarburo clorado
49	tolueno
50	xileno
51	dicloroetileno
5. 52	tetracloruro de carbono

Si se usa 2.1/2-acetato de celulosa en los Ejemplos 37 a 52 en lugar del triacetato de celulosa, procediendo en lo demás igual que se ha indicado, se obtienen también sobre el material fibroso en cuestión tinturas rojas bien desarrolladas y de color intenso, combinadas con buena repelencia al agua y un tacto pleno y grato.

EJEMPLO 53

Se disuelven 6 g del colorante de la fórmula



en 800 g de una mezcla de disolventes constituida por 99% en peso de tricloroetileno y 1% en peso de dimetilformamida y se añade una solución de 10 g de un producto de conden-



- sación a base de melamina, paraformaldehído, anhídrido ftálico y alcohol octadecílico (obtenido según la patente suiza Nº 388.901 Ejemplo 1), 25 g de parafina (de punto de fusión 52-54^o) y 10 g de isopropilato de circonio en unos
5. 100 g de tricloroetileno. Luego se completa el peso del baño hasta 1000 g con tricloroetileno. Se clarifica la solución amarilla y con ella se impregna tela de 2.1/2-acetato de celulosa procediendo tal como se ha descrito en el Ejemplo 31. A continuación se termofija la tintura por 90
10. segundos en una corriente de aire caliente a 190^o.

Se obtiene sobre el material mencionado una tintura amarilla igual y bien desarrollada, que al mismo tiempo tiene buen efecto de repelencia del agua.

15. Cuando la termofijación se efectúa por tratamiento con corriente alternas de alta frecuencia, irradiación infrarroja o calor de contacto, en lugar de aplicar una corriente de aire caliente, y se procede en lo demás tal como se ha indicado en este Ejemplo, se obtienen también sobre el material mencionado tinturas amarillas iguales y bien
20. desarrolladas, combinadas con buena repelencia al agua.

EJEMPLO 54

Se repite el Ejemplo 53, pero el colorante usado en éste se reemplaza por 5 g del colorante amarillo empleado en el Ejemplo 17 y se usan 70 g de una solución de 10 g



del mismo producto de condensación que se ha descrito en el Ejemplo 53, 25 g de parafina y 10 g de propilato de circonio en 25 g de tricloroetileno, y como disolvente, 927 g de una mezcla constituida por 897 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilformamida.

5.

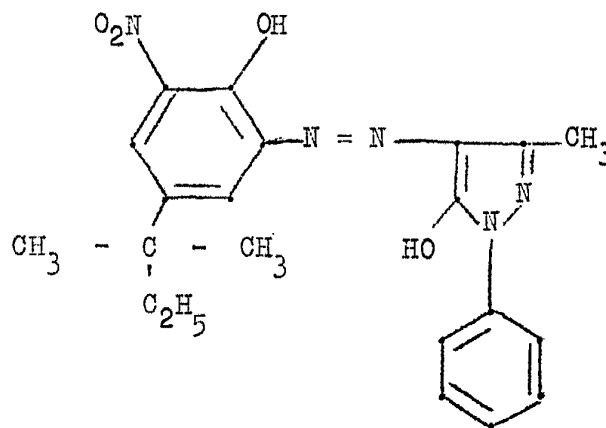
La tela amarilla de 2.1/2-acetato de celulosa que resulta tiene repelencia al agua igualmente buena y solidez a la descarga y a la limpieza en seco mejor que las telas teñidas en un tratamiento de tinte y acabado de dos etapas.

10.

EJEMPLO 55

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

15.



20.

se disuelven en 910 g de una mezcla de disolventes constituida por 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de



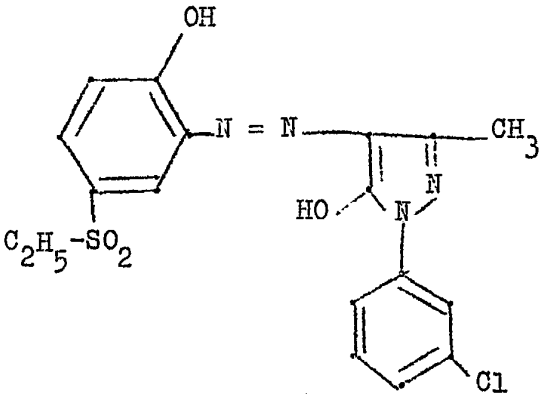
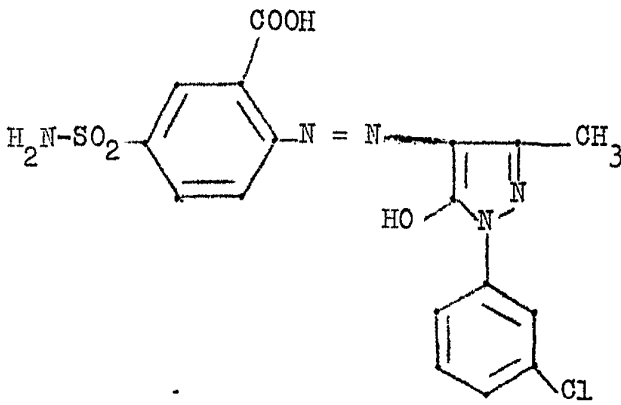
- isopropanol. Se añaden a esta solución 60 g de una solución al 50% de metil-hidro-polisiloxano (viscosidad, alrededor de 30 centipoises a 25°) en tricloroetileno, y 20 g de una solución al 50% de tetrabutylato de titanio en alcohol butílico. Con la solución tintórea roja, clarificada, se trata 2.1/2-acetato de celulosa de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 31. Después de secar, se termofija la tintura por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 200°.
- 5.
10. Se obtiene una tintura roja igual y bien desarrollada, de color intenso y con buena solidez al sudor. La tela presenta buena repelencia al agua y un tacto suave y muy liso.
15. Utilizando, en lugar del tricloroetileno, las mismas cantidades de una mezcla de tricloroetileno y xileno (relación ponderal, 1:1) o utilizando, en lugar del isopropanol, la misma cantidad de una mezcla de isopropanol y dimetilformamida (relación ponderal, 9:1), mientras en lo demás se sigue el mismo procedimiento que se ha expuesto en este Ejemplo, se obtienen resultados semejantes.
20. Utilizando, en lugar del colorante mencionado en este Ejemplo, uno de los colorantes que se reseñan en la columna 2 de la Tabla VI que sigue y siguiendo en lo demás el procedimiento expuesto en el Ejemplo, se obtienen tam-



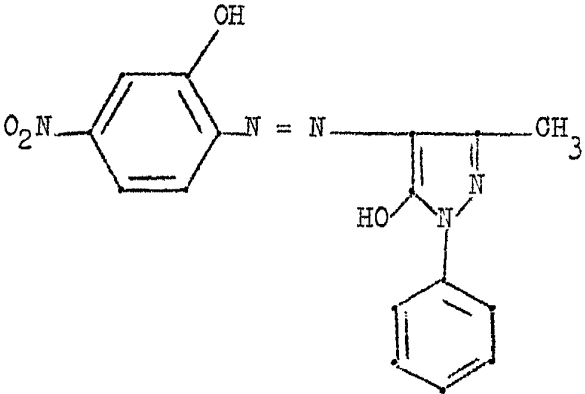
bién sobre 2.1/2-acetato de celulosa tinturas iguales y bien desarrolladas, intensamente coloreadas con los matices que se indican en la columna 3. La tela presenta muy buena repelencia al agua y un tacto suave y sedoso.

5.

TABLA VI

Ejem- plo N°	colorante	matiz so- bre 2.1/2 -acetato de celulo- sa
56	<p>complejo cobáltico 1:2 del compuesto</p> 	pardo amari- llento
10.	<p>complejo crómico 1:2 del compuesto</p> 	amarillo



Ejem- plo N ^o	colorante	matiz so- bre 2.1/2- acetato de celulosa
58	<p data-bbox="528 521 1082 555">complejo crómico 1:2 del compuesto</p> 	rojo pardus- co

5. Si en los Ejemplo 55 a 58 se usa, en lugar de 2.1/2-acetato de celulosa, triacetato de celulosa y se procede de la misma manera que se ha indicado, se obtienen sobre el material fibroso en cuestión tinturas bien desarrolladas e intensamente coloreadas. El material presen
10. ta las mismas propiedades hidrófobas y el mismo tacto característico.

EJEMPLO 59

15. Se disuelve 0,1 g del mismo colorante amarillo que se ha usado en el Ejemplo 17 en 927 g de una mezcla de disolventes constituida por 897 g de tetracloroetile-
no y 30 g de dimetilacetamida. Se añaden a esta solu-



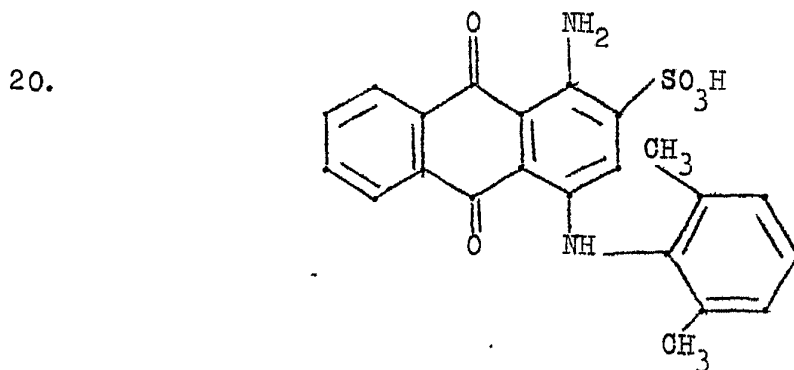
5. ción 50 g de una solución al 60% de metil-hidro-polisiloxano (viscosidad, alrededor de 30 centipoises a 25°), en tetracloroetileno, y 20 g de una solución al 50% de tetrabutylato de titanio en alcohol butílico. Con la solución tintórea amarilla, clarificada, se trata de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 31, 2-1/2-acetato de celulosa. Después de secar, se termofija la tintura por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 200°.

10. Se obtiene una tintura amarilla de color claro, igual y bien desarrollada, que presenta buena solidez al sudor y a la limpieza en seco. La tela tiene buena repelencia al agua y un tacto suave y liso.

15. La tela resultante tiene mejor solidez a la limpieza en seco y un índice de hidrofobia (determinado por la prueba AATCC N° 22-1952) alrededor del 50% mejor que las telas tejidas y acabadas en un tratamiento correspondiente de dos etapas.

EJEMPLO 60

Se disuelven 2 g del colorante de la fórmula





- en 942 g de una mezcla de disolventes constituida por 90% en peso de tricloroetileno y 10% en peso de dioxano, que además contiene 2 g de un producto de condensación a base de ácido oléico y óxido de etileno (relación molar, alrededor de 1:7,5). Se añaden 50 g de una solución al 10% obtenida precipitando una resina fluoroquímica preparada por los métodos descritos en la patente norteamericana N^o 2.803.615, añadiendo etanol, secando y disolviendo el precipitado en una mezcla de disolventes constituida por acetato de butilo y tricloroetileno en una relación volumétrica de 2:1. Con esta solución tintórea, límpida e intensamente teñida de azul, se impregna tela de 2.1/2-acetato de celulosa, que luego se exprime hasta una retención de líquido del 80% aproximadamente, procediendo como se ha descrito en el Ejemplo 31, y luego se seca. La tela secada se termofija luego en una corriente de aire caliente a 200°, por 90 segundos.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se obtiene sobre el material de fibra en cuestión una tintura azul intensamente coloreada, igual y bien desarrollada, que presenta buena solidez a la limpieza en seco. La tela tiene además excelente repelencia al aceite y buena repelencia al agua.
- 20.

- Substituyendo el copolimerizado que contiene flúor, mencionado antes, por la misma cantidad de un aducto de 2 moles de amida de ácido N-beta-hidroxietil-N-propil-
- 25.



perfluorooctano y 1 mol de diisocianato de toluileno, se obtiene una tela teñida y acabada de propiedades semejantes.

EJEMPLO 61

- Se disuelve 1 g del contenido azul empleado en el
5. Ejemplo 19 en 950 g de una mezcla de disolventes constituida por 920 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetanida, que además contiene 2 g de un producto de condensación a base de ácido oléico y óxido de etileno (relación molar, alrededor de 1:7,5). Se añaden 40 g de una solución al 10% obtenida
10. por precipitación de una resina fluoroquímica preparada por los métodos descritos en la patente norteamericana nº 2.803.615, adición de etanol, secado y disolución del precipitado en una mezcla de disolventes constituida por
15. acetato butílico y tricloroetileno en una proporción volumétrica de 1:2. Con esta solución tintórea, intensamente coloreada de azul, se impregna tela de 2.1/2-acetato de celulosa, que luego se exprime hasta un contenido de líquido del 80% aproximadamente, según se ha descrito en el Ejemplo 31, y se seca. La tela secada se termofija a continuación
20. en una corriente de aire caliente a 200°, por 90 segundos.

Sobre el material fibroso en cuestión se obtiene una tintura azul igual y bien desarrollada, de buena profundidad de color y con buena solidez a la limpieza en seco



5. y al sudor. La tela tiene buena repelencia al aceite y al agua. La repelencia de la tela al agua es alrededor de 45% mejor que la de la respectiva tela teñida y acabada en un tratamiento de dos etapas. Los valores de repelencia del agua se determinan por la prueba AATCC N° 22-1952.

EJEMPLO 62

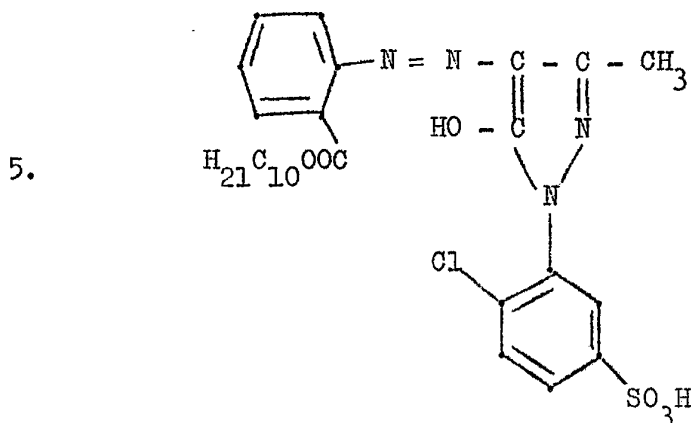
10. Se repite el Ejemplo 61, pero con 5 g del colorante amarillo utilizado en el Ejemplo 17, y se obtiene una tela amarilla de propiedades igualmente buenas que la del Ejemplo 61. La repelencia de la tela al agua, según la prueba AATCC N° 22-1952 es alrededor del 25% mejor que la de una tela semejante tratada en un procedimiento de dos etapas.

EJEMPLO 63

15. Se repite el Ejemplo 61, pero con 3 g del colorante rojo empleado en el Ejemplo 18, y se obtiene una tela roja con propiedades igualmente buenas que la del Ejemplo 61. La repelencia de la tela al agua según la prueba AATCC N° 22-1952 es alrededor del 100% mejor que la de una tela semejante tratada en un procedimiento de dos etapas.

20. EJEMPLO 64

Se disuelven 10 g del colorante de la fórmula



10. en 970 g de una mezcla de disolventes constituida por 95% en peso de tetracloroetileno, 3% en peso de dimetilacetamida y 2% en peso del producto de condensación a base de ácido oléico y óxido de etileno que se ha utilizado en el Ejemplo 1. Se añaden 20 g de una solución que contiene 30% de un copolimerizado de cloruro de vinilo y éter vinil-isobutílico (relación ponderal, alrededor de 3:1) en una mezcla de 1,1,1-tricloroetileno y acetato de butilo (relación volumétrica, 1:1). Con la solución tintórea de color amarillo que se obtiene, clarificada, se impregna 2.1/2-acetato de celulosa de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1, y
20. luego se seca el género. La tela impregnada y secada se termofija a continuación por 120 segundos en una corriente de aire caliente a 190°.

Sobre dicho material se obtiene una tintura amarilla intencionalmente coloreada, igual y bien desarrollada, de buena solidez a la descarga, al lavado y al sudor. La tela

25.



tiene además un tacto voluminoso. La acción aprestante del acabado puede incrementarse todavía con la adición de 5 g de éster butílico de ácido poliacrílico al baño de impregnación (patente alemana Nº 626.920, Ejemplo 1).

5. EJEMPLO 65

3 g del mismo colorante rojo que se ha empleado en el Ejemplo 18 se disuelven en 942 g de una mezcla de disolventes constituida por 912 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 5 g del producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno que se ha usado en el Ejemplo 1. Se añaden 50 g de una solución que contiene 30% de un copolimerizado de cloruro de vinilo y éter vinil-isobutílico (relación ponderal, alrededor de 3:1) en una mezcla de 1,1,1-tricloroetano/acetato de butilo (relación volumétrica, 1:1). Con la solución tintórea roja que se obtiene, clarificada, se impregna 2.1/2-acetato de celulosa, de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1, y luego se le seca. La tela impregnada y secada se termofija a continuación por 120 segundos en una corriente de aire caliente a 190°.

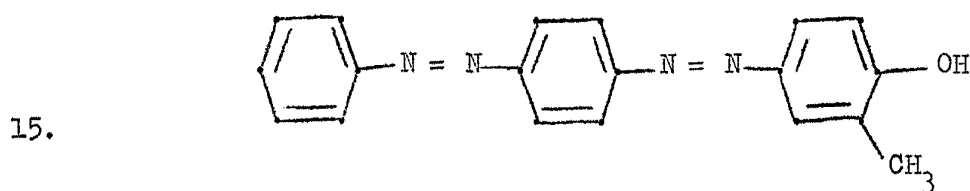
Se obtiene sobre el material en cuestión una tintura roja igual y bien desarrollada, de gran intensidad de color y que presenta buena solidez a la limpieza en seco, al lavado y al sudor. La solidez a la luz de la tela teñida es más del 100% mejor que la de una tela semejante obtenida



5. tificando primeramente y luego acabando por separado, en un tratamiento de dos etapas. La tela tiene un tacto voluminoso. La acción aprestante del acabado puede incrementarse todavía por adición de 5 g de éster poliacrílico al baño de impregnación (patente alemana Nº 626.920, Ejemplo 1).

EJEMPLO 66

10. Se obtienen tinturas de amarillo rojizo igualmente satisfactorias, con propiedades igualmente buenas y también con tacto voluminoso y fuerte, si se repite el Ejemplo 64 anterior pero empleando 5 g del colorante de la fórmula



en lugar de los 10 g del colorante mencionado en dicho Ejemplo, en 1000 g de baño tintóreo.

20. Si se repiten los Ejemplos 64 a 66, pero utilizando en vez de dimetilacetarida uno de los disolventes miscibles en agua que se reseñan en la columna 2 de la Tabla I anterior, en las cantidades indicadas en la columna 3 de la misma Tabla, se obtienen también sobre tela de 2.1/2-acetato de

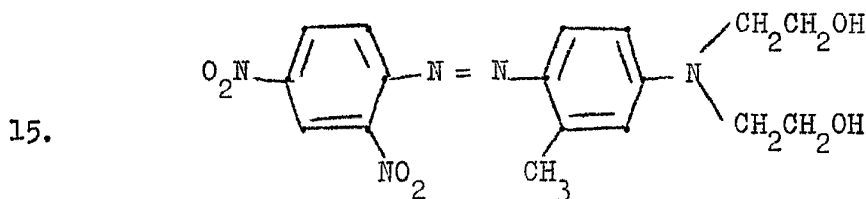


celulosa tinturas iguales y bien desarrolladas, con propiedades de solidez igualmente buenas y con tacto voluminoso.

- Utilizando en el Ejemplo 64, en vez del 95% en peso de tetracloroetileno, la misma cantidad de uno de los
5. hidrocarburos o hidrocarburos clorados que se indican en la Tabla II anterior, se obtienen también sobre tela de 2.1/2-acetato de celulosa y triacetato de celulosa tinturas amarillas, iguales y bien desarrolladas. Las telas tiene un tacto voluminoso.

10. EJEMPLO 67

10 g del colorante de la fórmula



20. se disuelven a la temperatura ambiente en una mezcla de disolventes constituida por 933 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 2 g del mismo producto de condensación que en el Ejemplo 1. Se añaden 25 g de una solución al 10% de un copolimerizado de butadieno-estireno en tetracloroetileno.



- Con esta solución tintórea, de color violado, se impregna tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el exceso de líquido tintóreo hasta dejar de él el 100% del peso en seco de los géneros y se seca a 40-80º, en una corriente de aire caliente, la tela impregnada. Luego se termofija la tintura por 120 segundos en una corriente de aire caliente a 190º.
- 5.

De esta manera se obtiene una tintura violada uniforme, de buena solidez al frote, al sudor y a la limpieza en seco. La tela presenta un tacto voluminoso.

10. Substituyendo el copolimerizado de butadieno-estireno por 25 g de una solución al 40% de una resina politerpénica (descrita en la patente francesa Nº 1.185.745) en percloroetileno, se obtiene una tela con un tacto plenamente dúctil y las mismas propiedades en lo demás.

15. EJEMPLO 68

- 3 g del mismo colorante rojo que se ha empleado en el Ejemplo 18 se disuelven a la temperatura ambiente en una mezcla de disolventes constituida por 915 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 2 g del mismo producto de condensación que en el Ejemplo 1. Se añaden 50 g de una solución que contiene 20% de aceite de parafina y 40% de una resina politerpénica en una mezcla disolvente de gasolina y tetracloroetileno. Con esta solución colorante se impregna tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el exceso de líquido tintóreo hasta dejar una retención del
- 20.
- 25.



100% respecto al peso en seco de los géneros y se seca en una corriente de aire caliente, a 40-80º, la tela impregnada. Luego se termofija la tintura por 120 segundos en una corriente de aire caliente a 190º.

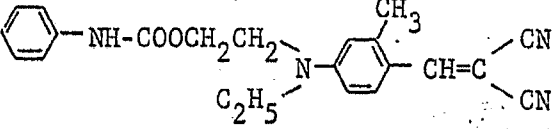
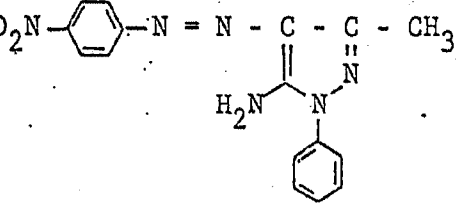
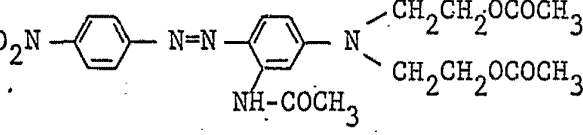
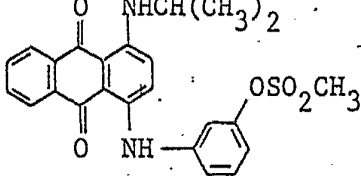
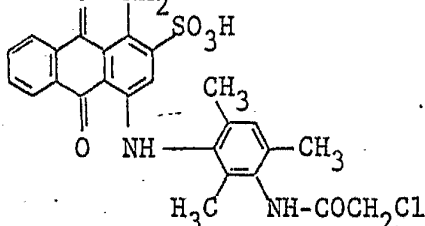
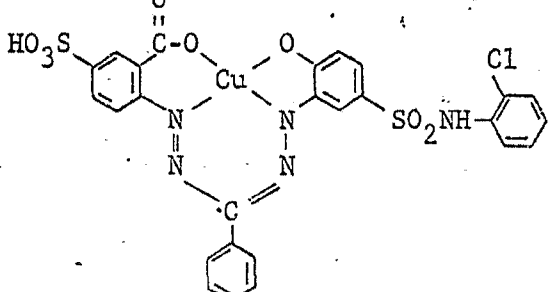
5. De esta manera se obtiene una tintura roja uniforme, de buena solidez al lavado, al sudor y a la limpieza en seco. La tela presenta un tacto voluminoso.

- Su solidez al lavado (prueba SNV Nº 95811/1961) y su solidez al sudor (prueba SNV Nº 95824/1961) son alrededor del 20% mejores, y su solidez a la luz es más del 100% mejor, que en las tinturas respectivas obtenidas por un tratamiento en dos etapas.
- 10.

- Utilizando, en lugar del colorante mencionado en el Ejemplo 68 anterior, los indicados en la Tabla VII que sigue, columna 2, y siguiendo en lo demás el procedimiento que se ha descrito en este Ejemplo, se obtienen tinturas uniformes, intensamente coloreadas y de propiedades igualmente buenas. Los matices de estas tinturas se reseñan en la última columna de la Tabla. En todos estos casos, la tela presenta un tacto voluminoso.
- 15.
- 20.



TABLA VII

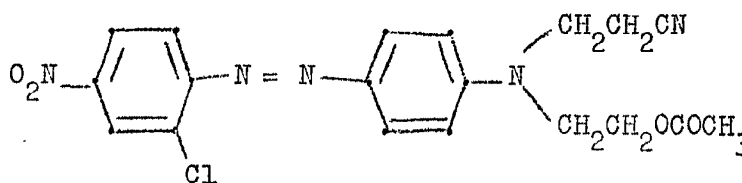
Ejem- plo Nº	colorantes	matiz sobre 2.1/2-aceta- to de celulosa
69		amarillo verdoso
70		anaranjado amarillento
71		escarlata
72		azul
73		azul
74		azul



EJEMPLO 75

Se disuelven 5 g del colorante de la fórmula

5.



10. en 935 g de una mezcla de disolventes constituida por 903 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida y que contiene 2 g de un producto de condensación de alcohol estearílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:5) y se agregan 50 g de una solución al 50% de un dimetilpolisiloxano en tetracloroetileno.
- 15.

Después de filtrar la solución, se impregna con el filtrado obtenido 2.1/2-acetato de celulosa, a la temperatura ambiente. Se exprime el exceso de líquido tintóreo hasta el 80% aproximadamente del peso en seco del género y luego se seca a 40-50° la tela impregnada y se la termofija por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 200°.

20.

De esta manera se obtiene una tintura anaranjada uniforme, intensamente coloreada y sólida al frote. La tela presenta un tacto voluminoso.

25.



Substituyendo en este Ejemplo los 2 g del producto de condensación de alcohol estearílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:5) por:

5. a) 2 g de un producto de condensación de alcohol estearílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:10),
- b) 4 g de un producto de condensación de alcohol oleílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:5),
- c) 2 g de un producto de condensación de alcohol oleílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:10),
10. d) 3 g de un producto de condensación de alcohol laurílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:5),
- e) 2 g de un producto de condensación de alcohol laurílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:10),
- f) 3 g de un producto de condensación de p-nonilfenol y óxido de etileno (en la relación molar 1:9),
15. g) 2 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (en la relación molar 1:10) o
- h) 4 g de un producto de condensación de ácido esteárico y óxido de etileno (en la relación molar 1:7)
20. y siguiendo en lo demás el procedimiento que se ha expuesto en este Ejemplo, se obtienen tinturas anaranjadas de propiedades igualmente buenas.



EJEMPLO 76

Se disuelven 0,2 g del mismo colorante amarillo que se ha usado en el Ejemplo 17 en 970 g de una mezcla de disolventes constituida por 940 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida y que contiene 2 g de un producto de condensación de alcohol estearílico y óxido de etileno (en la relación molar 1:5) y se añaden 25 g de una solución al 60% de una mezcla de metil-hidropolisiloxano (de viscosidad a 20° = 25 centipoises) y dimetilpolisiloxano (de viscosidad a 25° = 750 centistokes), en una relación ponderal de 1:1, en tetracloroetileno.

Con esta solución se impregna a la temperatura ambiente 2,1/2-acetato de celulosa. Se exprime el exceso de líquido tintóreo para dejar una retención del 80% aproximadamente del peso en seco del género, y luego se seca a 40-45° la tela impregnada y se la termofija por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 200°.

De esta manera se obtiene una tintura amarilla uniforme, que es sólida a la descarga y a la limpieza en seco. La tela tiene un tacto voluminoso.

EJEMPLO 77

Se repite el Ejemplo 76, pero utilizando 3 g del colorante rojo que se ha empleado en el Ejemplo 18. La tela resultante se distingue la tela respectiva producida en dos



etapas por una solidez mejor a la descarga y una solidez a la luz alrededor del 50% mejor, además de un tacto más suave.

EJEMPLO 78

5. Se repite el Ejemplo 76, pero usando 2 g del colorante azul que se ha empleado en el Ejemplo 19. La tela resultante se distingue de la tela respectiva producida en dos etapas por una solidez mejor a la descarga, una solidez a la luz alrededor del 50% mejor y un tacto más suave.

10.

EJEMPLO 79

- 5 g del mismo colorante amarillo que se ha usado en el Ejemplo 17 se disuelven en 977 g de una mezcla de disolventes constituida por 943 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida y se añaden 20 g de una solución, en percloroetileno, que contiene 10 g de estearato de butilo y 4 g de aceite de parafina.

15.

20. Con esta solución se impregna a la temperatura ambiente 2.1/2-acetato de celulosa. Se exprime el exceso de líquido tintóreo para dejar una retención del 80% aproximadamente del peso en seco del género y luego se seca a 40-50° la tela impregnada y se la termofija por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 200°.



5. Se obtiene una tela teñida de amarillo con uniformidad, de gran profundidad de color y que tiene mejor solidez a la descarga y a la limpieza en seco y un tacto más suave que una tela respectiva tratada en dos etapas separadas.

EJEMPLO 80

10. 3 g del mismo colorante de rojo que se ha usado en el Ejemplo 18 se disuelven en 977 g de una mezcla de disolventes constituida por 943 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida y se añaden 20 g de una solución, en percloroetileno, que contiene 10 g de estearato de butilo y 4 g de aceite de parafina.

15. Con esta solución se impregna a la temperatura ambiente 2.1/2-acetato de celulosa. Se exprime el exceso de líquido tintóreo para dejar una retención del 80% aproximadamente del peso en seco del género, y luego se seca a 40-50° la tela impregnada y se la termofija por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 200°.

20. Se obtiene una tela teñida uniformemente de rojo, con gran profundidad de color, que presenta mejor solidez a la descarga y a la limpieza en seco que un tacto más blando que una tela respectiva tratada en dos etapas separadas.



EJEMPLO 81

2 g del mismo colorante azul que se ha usado en el Ejemplo 19 se disuelven en 977 g de una mezcla de disolventes constituida por 943 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida y se añaden 20 g de una solución, en percloretileno, que contiene 10 g de estearato de butilo y 4 g de aceite de parafina.

5. Con esta solución se impregna a la temperatura ambiente 2.1/2-acetato de celulosa. Se exprime el exceso del líquido tintóreo hasta dejar una retención del 80% aproximadamente del peso en seco del género y luego se seca a 40-50° la tela impregnada y se la ternofija por 90 segundos en una corriente de aire caliente a 200°.

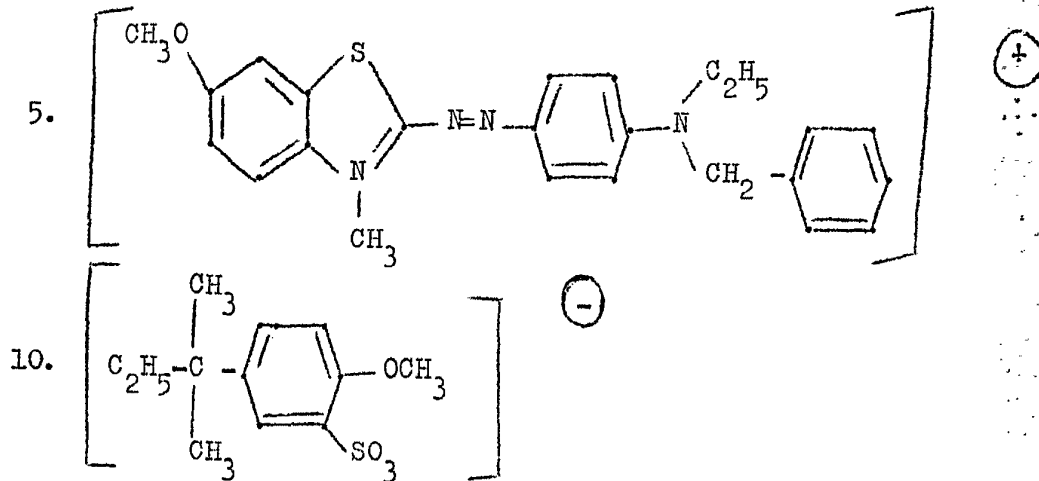
10. Se obtiene una tela teñida uniformemente de azul con gran profundidad de color, que presenta mejor solidez a la descarga y a la limpieza en seco y un tacto más suave que una tela respectiva tratada en dos etapas separadas.

15.



EJEMPLO 82

Se disuelven 10 g de la sal colorante de la fórmula



15. en 950 g de una mezcla de disolventes constituida por 850 g de tricloroetileno y 100 g de alcohol metílico. Se añaden 40 g de una solución en tricloroetileno que contiene 15 g de aceite de parafina y 5 g de trioleato de glicerina. Con esta solución tintórea azul, límpida, se impregna tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el exceso de líquido tintóreo hasta dejar una retención del 30% aproximadamente del peso en seco del género y se seca la tela en una corriente de aire caliente a 60-80°. Luego se termofija la tintura por 100 segundos a 190-22°, mediante irradiación infrarroja.

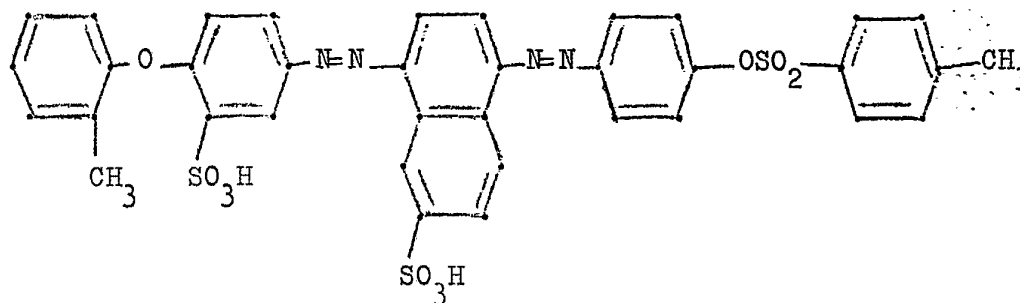
20. Se obtiene una tintura azul uniforme, intensamente coloreada, que presenta buena solidez a la limpieza en seco y excelente solidez al frote. La tela tiene un tacto suave
- 25.



y dúctil. Si se substituyen los 15 g del aceite de para-
fina por cantidades equivalentes de éster butílico de ácido
esteárico, se obtiene una tela con un tacto particularmente
grato.

5. Substituyendo en este Ejemplo los 10 g de la sal
colorante por 0,5 g de la sal colorante obtenida precipi-
tando de una solución acuosa la sal sódica del colorante
de la fórmula

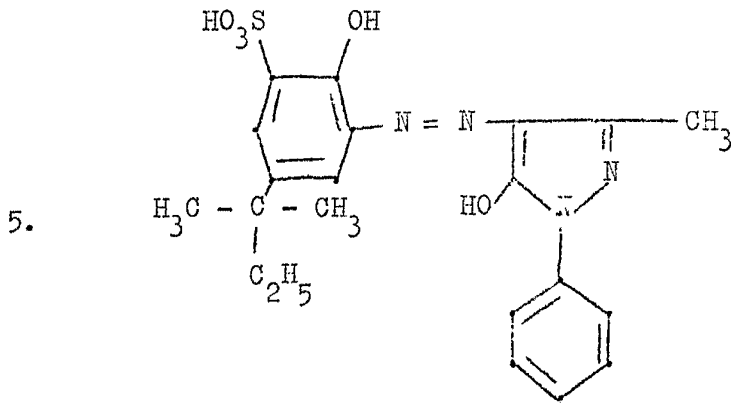
10.



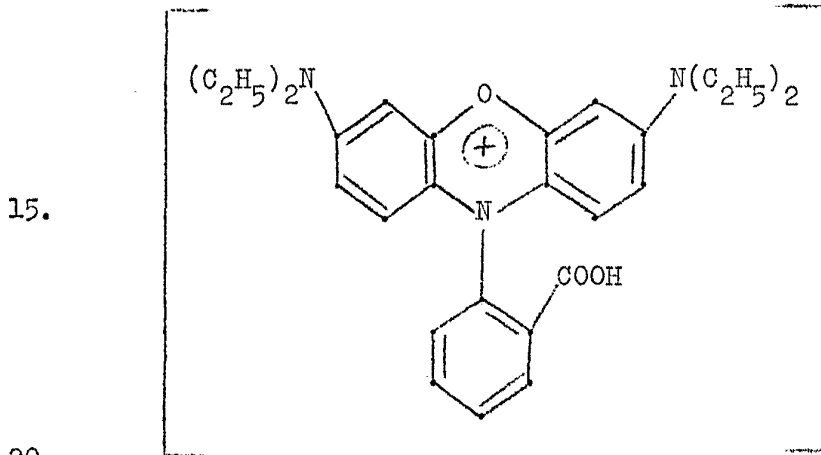
15.

20.

con la cantidad correspondiente de dicitclohexilamina, se
consigue una tintura anaranjada uniforme; y substituyendo
los 10 g de la sal colorante por 2,0 g de la sal colorante
obtenida precipitando de una solución acuosa la sal sódica
del complejo 1:2 crónico del compuesto de la fórmula



10. con el colorante de la fórmula



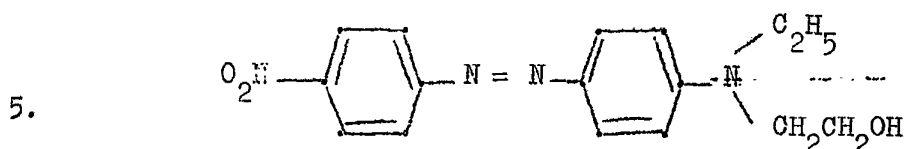
Cl

20. se consigue una tintura rojoazulada uniforme. En ambos casos las tinturas muestran propiedades igualmente buenas que las mencionadas antes.



EJEMPLO 83

Se disuelven 10 g del colorante de la fórmula



10. en unos 733 g de una mezcla de disolventes constituida por 700 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetanida y 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (en la relación molar de 1:7,5 aproximadamente). Se añade una solución de 80 g de un polimerizado de fosfato de trialilo bromado, que contiene alrededor de 3,6 átomos de bromo por unidad monomérica, en 200 g de benceno y se
15. completa el peso del líquido tintórico hasta 1000 g con tetracloroetileno. Con este líquido se trata de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1 tela de 2.1/2-acetato de celulosa. De esta manera se obtiene una tintura roja intencionalmente coloreada, uniforme y bien desarrollada. La tela
20. teñida es, al mismo tiempo, excelentemente ignífuga.

Estos fosfatos de trialilo bromado polimerizados se producen por polimerización de fosfatos de trialilo y benceno en presencia de peróxido de benzoilo hasta que han reaccionado de una tercera parte de la mitad aproximadamente

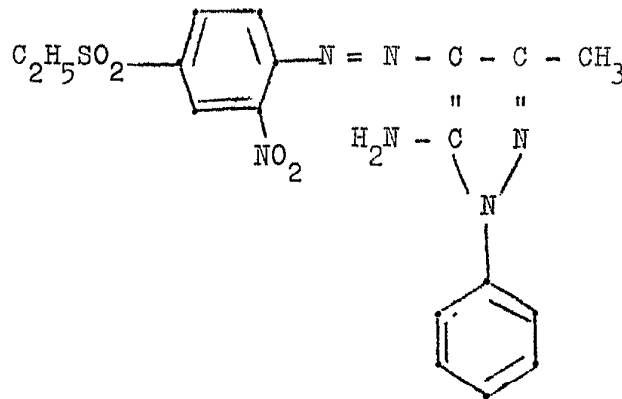


de los enlaces dobles, en cuyo momento se broman por adición de bromo los restantes enlaces dobles.

EJEMPLO 84

Se disuelven 5 g del colorante de la fórmula

5.



10.

15.

en unos 733 g de una mezcla de disolventes constituida por 700 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (en la relación molar de 1:7,5 aproximadamente).

Se añade una solución en 200 g de benceno de 80 g de un

20.

... polimerizado de fosfato de trialilo bromado, que contiene alrededor de 3,6 átomos de bromo por unidad monomérica, y se completa hasta 1000 g con tetracloroetileno el peso del líquido tintóreo. Con este líquido se trata de la manera

que se ha descrito en el Ejemplo 1 tela de 2.1/2-acetato

25.

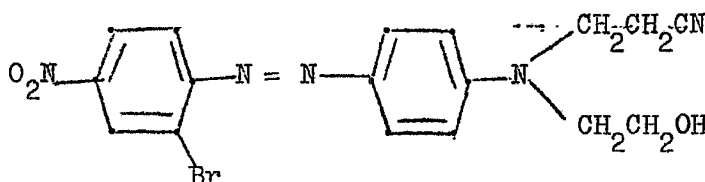
de celulosa. Se obtiene así una tintura amarilla intensa-



mente coloreada, uniforme y bien desarrollada. La tela teñida es, al mismo tiempo, excelentemente ignífuga.

EJEMPLO 85

5. Se disuelven 3 g del colorante de la fórmula



10.

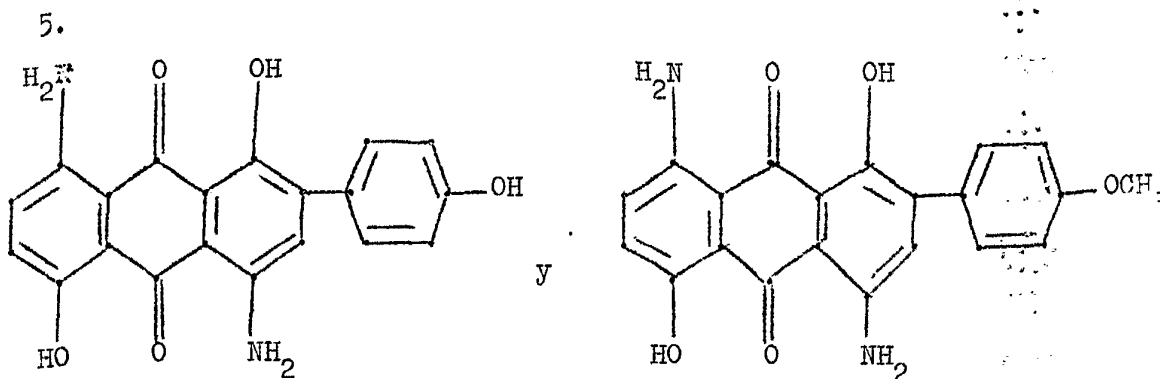
15. en unos 733 g de una mezcla de disolventes constituida por 700 g de tetracloroetileno, 30 g de dimetilacetamida y 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (en la relación molar de 1:7,5 aproximadamente). Se añade una solución en 200 g de benceno de 80 g de un polimerizado de fosfato de trialilo bromado que contiene alrededor de 3,6 átomos de bromo por unidad monomérica y se completa el peso del líquido tintóreo hasta 1000 g con tetracloroetileno. Con este líquido se trata de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1 tela de 2.1/2-acetato de celulosa. Se obtiene así una tintura roja intensamente coloreada, uniforme y bien desarrollada. La tela teñida es, al mismo tiempo excelentemente ignífuga.

20.



EJEMPLO 86

Se disuelven 2 g de una mezcla (en la relación ponderal de 1:1 aproximadamente) de los colorantes de las fórmulas



10.

en unos 733 g de una mezcla de disolventes constituida por 700 g de tetracloroetileno, 30 g de dietilacetamida y 3 g de un producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno (en la relación molar de 1:7,5 aproximadamente).

15.

Se añade una solución, en 200 g de benceno, de 80 g de un polimerizado de fosfato de trialilo bromado que contiene alrededor de 3,6 átomos de bromo por unidad monomérica y se completa hasta 1000 g el peso del líquido tintóreo con tetracloroetileno. Con este líquido se trata de la manera

20.

que se ha descrito en el Ejemplo 1 tela de 2.1/2-acetato de celulosa. Se obtiene así una tintura azul intensamente



coloreada, uniforme y bien desarrollada. La tela teñida es, al mismo tiempo, excelentemente ignífuga.

EJEMPLO 87

- 3 g del mismo colorantes azul que se ha usado
5. en el Ejemplo 19 se disuelven en 962 g de una mezcla de disolventes constituida por 932 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida. Se añaden 2 g del producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno utilizado en el Ejemplo 1 y 30 g de una mezcla en partes iguales de:
10. (a) un producto de condensación de un éter poliglicidílico con hexametildiamina, tal como el obtenido según el Ejemplo 1 de la solicitud de patente suiza Nº 3702/65, publicada el 14 de Julio de 1967, en el que la ulterior condensación se interrumpe cuando la viscosidad ha aumentado hasta 30 centipoises a 25º, por adición de 36 g de ácido acético en
15. 100 cc de agua, y la solución obtenida se ajuste a un contenido de materia sólida del 80% por destilación de agua bajo presión reducida; y (b) una sal aminoorgánica de sulfonato de dodecibenceno en una relación ponderal (a):(b) de 1:1.
20. Con la solución tintórea, clarificada, se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el género hasta una retención del líquido del 100% aproximadamente del peso del género en seco y se seca en una corriente de aire caliente a 40-80º la tela impregna-
25. da. Luego se termofija la tintura por 100 segundos a 190-210º,



por irradiación infrarroja.

- La tintura azul resultante tiene solidez al sudor mucho mejor que la de la respectiva tela fulardeada primeramente con un baño orgánico que contiene el mismo colorante y acabada después en un baño orgánico separado, con el mismo agente acabador.
- 5.

EJEMPLO 88

- 3 g del mismo colorante amarillo que se ha usado en el Ejemplo 17 se disuelven en 957 g de una mezcla de disolventes constituida por 927 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida. Se añaden 40 g de una solución que contiene 33% de un producto de reacción de 2,5 partes de n-propilato de circonio y 1 parte de paraformaldehído en una mezcla de n-propanol y tetracloroetileno (relación volumétrica, 1:1) y 5% de octoato de zinc (estos porcentajes están calculados respecto al peso total de la solución). Con esta solución tintórea, clarificada, se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el género hasta una retención de líquido del 100% aproximadamente del peso en seco del género y se seca en una corriente de aire caliente a 40-80° la tela impregnada. Luego se termo-fija la tintura por 100 segundos a 190-210°, mediante irradiación infrarroja.
- 10.
- 15.
- 20.

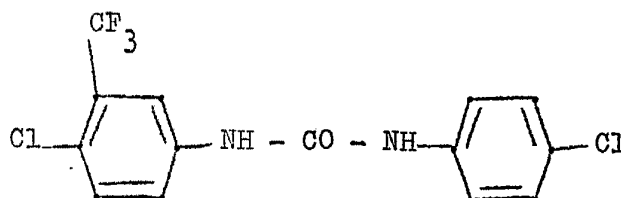


La tintura teñida de amarillo que resulta tiene un efecto antideslizante muy bueno. Su solidez a la descarga es mejor que la de una tintura respectiva obtenida por tratamiento en dos etapas.

5. EJEMPLO 89

3 g del mismo colorante amarillo que se ha usado en el Ejemplo 17 se disuelven en 950 g de una mezcla de disolventes constituida por 920 g de tetracloroetileno, y 30 g de dimetilacetanida. Se añaden 2 g del producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno que se ha empleado en el Ejemplo 1 y 0,5 g del agente bacteriostático de la fórmula

15.



20.

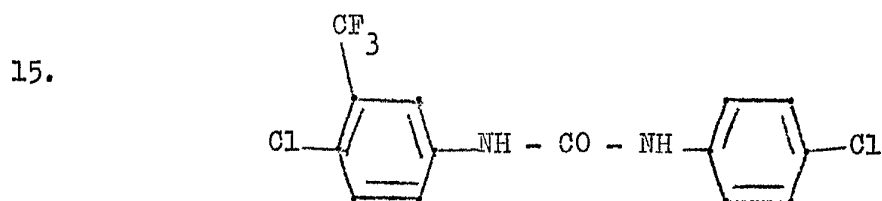
disueltos en 50 g de tetracloroetileno. Con esta solución tintórea, clarificada, se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa, se exprime el género hasta una retención de líquido del 100% aproximadamente del peso en seco del género y se seca en una corriente de aire caliente a 40-80° la tela impregnada. Luego se termofija la tintura por 100 segundos a 190-210° mediante irradiación infrarroja.



- La tela teñida de amarillo que resulta se distingue por efecto bacteriostático mejor que el de la tela respectiva teñida y acabada en dos tratamientos separados. También tiene mucho mejor solidez a la descarga, a la limpieza en seco y al lavado.
- 5.

EJEMPLO 90

- 3 g del mismo colorante rojo que se ha usado en el Ejemplo 18 se disuelven en 950 g de una mezcla de disolventes constituida por 920 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida. Se añaden 2 g del producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno empleado en el Ejemplo 1 y 0,5 g del agente bacteriostático de la fórmula
- 10.



20. disueltos en 50 g de tetracloroetileno. Con esta solución tintórea, clarificada, se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa. Se exprime el género hasta que retiene aproximadamente el 100% de líquido respecto a su peso en seco y se seca en corriente de aire caliente
25. a 40-80° la tela impregnada. Luego se termofija la tintura



por 100 segundos a 190-210° mediante irradiación infrarroja.

La tela teñida de rojo que resulta se distingue por un efecto bacteriostático mejor que el de la tela respectiva teñida y acabada en dos tratamientos separados. Asimismo tiene solidez mucho mejor a la descarga, a la limpieza en seco y al lavado.

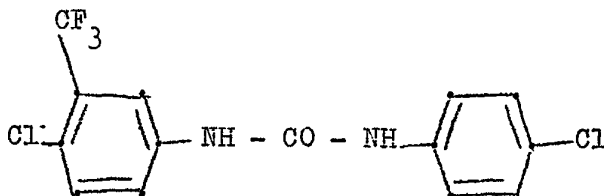
5.

EJEMPLO 91

2 g del mismo colorante azul que se ha usado en el Ejemplo 19 se disuelven en 950 g de una mezcla de disolventes constituida por 920 g de tetracloroetileno y 30 g de dimetilacetamida. Se añaden 2 g del producto de condensación de ácido oléico y óxido de etileno empleado en el Ejemplo 1 y 0,5 g del agente bacteriostático de la fórmula

10.

15.



disueltos en 50 g de tetracloroetileno. Con esta solución disueltos, clarificada, se impregna a la temperatura ambiente tela de 2.1/2-acetato de celulosa. Se exprime el género hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente del peso del género en seco y se seca en corriente de aire caliente a 40-80° la tela impregnada. Luego se termofija la tintura por 100 segundos a 190-210° mediante irradiación infrarroja.

20.

25.



La tela teñida de azul que resulta se distingue por un efecto bacteriostático mejor que el de la tela respectiva teñida y acabada en dos tratamientos separados. Asimismo tiene solidez mucho mejor a la descarga, a la limpieza en seco y al lavado.

5.



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 5908/67 del 24 de Abril de 1967.

5. 1. Procedimiento para teñir y acabar material fibroso de éster de celulosa en baño único, caracterizado por impregnarse o estamparse este material con una solución que contiene, en combinación, colorante orgánico y agente aprestante y, optativamente, otros coadyuvantes en una mezcla de disolventes constituida, en esencia, por: a) 50% en peso, a lo menos, de hidrocarburo, eventualmente halogenado, con punto de ebullición entre 70 y 150°C y b) 50% en peso, a lo sumo, de disolvente orgánico miscible en agua, con punto de ebullición inferior a 210°C, por extraerse del material fibroso, en el caso de que la solución tintórea se aplique por impregnación, una gran cantidad del líquido de tratamiento en exceso y por fijarse la tintura o el estampado mediante termofijación a temperaturas inferiores al punto de reblandecimiento del material fibroso.
- 10.
- 15.
20. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo de una mezcla de disolventes constituida por 85 a 99,5% en peso de un hidrocarburo halogenado,



con punto de ebullición entre 70 y 150°C, y 15 a 0,5% en peso de una amida de un ácido graso bajo.

5. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo, en calidad de agente aprestante, de un agente repelente del agua.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo, en calidad de agente aprestante, de un agente repelente del aceite.

10. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo de un agente aprestante que mejora el tacto del material fibroso.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo, en calidad de agente aprestante, de un agente ignífugo.

15. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo, en calidad de agente aprestante, de un agente bacteriostático.

20. 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo, en calidad de agente aprestante, de un agente fungistático.

9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2,



caracterizado por el empleo, en calidad de agente aprestante, de un agente antideslizante.

5. 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo, en calidad de agente aprestante, de un agente antiestático.

11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por el empleo de una mezcla de agentes aprestantes diferentes.

10. 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por el empleo, en calidad de otro coadyuvante más, de un éter o un éster de polietilenglicol constituido por un radical hidrocarburo alifático superior, o el radical acílico de un ácido graso superior con una cadena de carbono de 8 a 20 átomos de carbono, o un radical 15. fenílico substituido por alquilo cuya cadena alquílica tiene de 6 a 12 átomos de carbono y una cadena de unos 4 a 20 grupos etilenoalílicos.

20. 13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por el empleo, como otro coadyuvante más, de éteres monooleílicos de polietilenglicol que tienen de 4 a 10 grupos etilenoalílicos.

14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado por el empleo, en calidad de componente a), de un hidrocarburo alifático inferior clorado.



15. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado por el empleo, en calidad de componente a), de tetracloroetileno o tricloroetileno.
16. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado por el empleo, en calidad de componente b), de dimetilacetamida.
17. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado por el empleo de colorantes de dispersión desmetalizados.
10. 18. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado por el empleo, en calidad de material fibroso, del 2.º-acetato de celulosa.
19. Procedimiento para teñir y acabar material fibroso de éster de celulosa en baño único.
15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 81 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 23 de Abril de 1968

P. a.

JAIMÉ ISERN

INVENTOR