

CAS 6460/E

367000



SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE D. 06  
SUBCLASE P

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

• por "PROCEDIMIENTO PARA TERNIR MATERIAL TEXTIL", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Se ha propuesto ya la tinción continua de las fibras hidrófobas valiéndose de vapores de hidrocarburos alifáticos clorados incombustibles, como el tricloroetileno, el percloroetileno y el 1,1,1-tricloroetano. Sin embargo,
5. la rapidez de tinción de las fibras de tereftalato de polietileno con colorantes de dispersión y su grado de fijación son, en este procedimiento (con tricloroetileno), menores de lo que se ha observado en la tinción convencional en medio acuoso y en presencia de "carriers" o en condiciones
10. de temperatura alta (véase, por ejemplo, Garret, D.A., The



Continuous Dyeing of Secondary Cellulose Acetat, Cellulose Triacetat and Terylene Polyester Fibre by the Vapocol Process, Journal Soc. Dyers and Colorists, 1957, 365, vol. 72), por lo cual este procedimiento no es propio para lograr

5. tinturas profundas.

Sorprendentemente se ha descubierto ahora que se consiguen tinturas profundas sobre las fibras sintéticas (en particular, materiales de poliéster) si el tejido impregnado con una solución de colorante o una dispersión de colorante se trata con vapor recalentado de disolventes orgánicos.

10.

Objeto del invento que aquí se expone es por lo tanto un procedimiento para teñir material textil (en particular, a base de fibras sintéticas), el cual se caracteriza por impregnarse, y en particular fulardearse o estamparse, primeramente el material textil con una solución o dispersión de un colorante a lo menos y a continuación tratarse con el vapor recalentado de uno o varios disolventes orgánicos el material textil impregnado.

15.

En calidad de material textil idóneo entran en cuenta principalmente los tejidos (y respectivamente también los géneros de punto o tapices apropiados para ello) de toda clase a base de fibras totalmente sintéticas, como, por ejemplo, fibras de acrílo o acrílonitrilo, fibras de polia-

20.



- crilonitrilo y polímeros mixtos a base de acrilonitrilo y otros compuestos de vinilo, como ésteres acrílicos, amidas acrílicas, vinilpiridina, cloruro de vinilo o cloruro de vinilideno, polímeros mixtos a base de dicianoetileno y acetato de vinilo, lo mismo que polímeros mixtos en bloque de acrilonitrilo, fibras de poliuretano, triacetato y 2 l/2-acetato de celulosa, poliamidas, como nilón 6, nilón 6,6, nilón 11, nilón 6,10 (a base de hexametilendiamina y ácido sebácico) o nilón 6,6/6 (polimerizado mixto de hexametilendiamina, ácido adípico y épsilon-caprolactama), y en particular fibras de poliésteres aromáticos, como las de ácido tereftálico y etilenglicol o 1,4-dimetiloci-clohexano, y polímeros mixtos a base de ácido tereftálico e isoftálico y etilenglicol.

15. En calidad de colorantes utilizables según este invento se emplean preferentemente representantes de la conocida clase, definida en el Color Index, de los colorantes de dispersión insolubles en agua, como colorantes monoazoicos y disazoicos, colorantes antraquinónicos, colorantes naftoperinónicos, colorantes quinofthalánicos y colorantes metínicos, con inclusión de los colorantes estirílicos, azametínicos y azoestirílicos; están indicados, además, los colorantes complejos metálicos del tipo de los colorantes azoicos y los colorantes formazánicos. Pero también pueden emplearse otros tipos apropiados de colorantes.



Los colorantes pueden aplicarse al material textil, o bien en forma de una dispersión acuosa, o bien en forma de una solución en un disolvente orgánico.

- En el primer caso suele ser conveniente convertir antes de la tinción los colorantes que se empleen en un preparado tintóreo que contenga un dispersante (como la lejía residual de celulosa sulfítica o un detergente sintético) o una combinación de diversos agentes humectantes y dispersantes, más el colorante finamente dividido, en tal forma que, al diluir con agua el preparado tintóreo, se origine una dispersión fina. Tales preparados tintóreos pueden obtenerse de manera conocida, por ejemplo, mediante molturación del colorante en forma seca o húmeda y con adición o no de agentes dispersantes durante la molturación. La dispersión acuosa puede también estar provista de agentes espesantes (como alginato sódico, tragacanto, harina de pepitas de algarroba y similares) y de coloides protectores, sobre todo cuando el colorante se aplica por estampación.
- 5.
- 10.
- 15.
20. Si se impregna el género textil con una solución de un colorante orgánico en un disolvente orgánico, el disolvente que se emplee para el fulardeo o la estampación del material textil puede ser idéntico al disolvente orgánico empleado para la fijación. En este caso no
25. surgen problemas para la separación y se puede elegir tam-



- bién una mezcla de ebullición aceotrópica. Si se emplean dos disolventes distintos, resulta natural elegir disolventes que, a lo menos después del enfriamiento, formen dos fases, o que por adición de agua se puedan separar en una fase hidrófila y una fase hidrófoba, prácticamente anhidra, o que se puedan separar fácilmente por destilación, eventualmente por la formación de mezclas aceótropas; o servirse, después de la impregnación, de un secado intermedio.
- 5.
10. Una ventaja de esta modalidad de realización del procedimiento tintóreo de este invento respecto al empleo de una dispersión acuosa es la posibilidad de utilizar colorantes no acondicionados, mientras que para la preparación de un baño acuoso debe emplearse siempre un preparado colorante particularmente acondicionado para la fácil dispersión en el agua.
- 15.

- En calidad de disolventes cabe señalar, por ejemplo, los hidrófobos, no miscibles o sólo limitadamente miscibles con el agua, como la acetofenona, el ciclohexanol, el alcohol bencílico, los ésteres (como el acetato de etilo, el acetato de propilo y el acetato de butilo), los hidrocarburos (como el benceno, el xileno o el tolueno) y los hidrocarburos halogenados (como el tetracloruro de carbono, el cloroformo, el cloruro de metileno, el tricloro-
- 20.



roetileno, el percloroetileno, el tricloroetano, el tetracloroetano, el dibromoetileno o el clorobenceno).

Los disolventes hidrófilos miscibles con el agua constituyen una clase particularmente preferida de disol-

5. ventas, de los que son ejemplos los alcoholes alifáticos (como el metanol, el etanol, el n-propanol y el isopropanol), las cetonas (como la acetona, la metiletilcetona y la ciclohexanona), los éteres y los acetales (como el éter diisopropílico, el óxido de difenileno, el dioxano, el tetrahidrofurano, el glicerinoformal y el glicolformal), lo mismo que el acetonitrilo, el diaza-2,2,2-biciclooctano, la piridina, el alcohol diacetónico, los derivados glicólicos de punto de ebullición alto (como los éteres monometílico, monoetílico y monobutílico de etilenglicol y los éteres monometílico y monoetílico de dietilenglicol), el tioglicol, los polietilenglicoles, siempre que sean líquidos a la temperatura ambiente, el carbonato de etileno, la gamma-butirolactona y en especial el grupo de los disolventes activos miscibles con el agua e hirvientes a más de 120° C, como la N,N-dimetilformamida, la N,N-dimetilacetamida, el fosfato de bis-(dimetilamido)-metano, el fosfato de tris-(dimetilamida), la N-metilpirrolidona, la 1,5-dimetilpirrolidona, la N,N-dimetil-metoxiacetamida, la N,N,N',N'-tetrametilurea, la tetrametilsulfona (sulfolano) y el 3-metilsulfolano y el sulfóxido de dimetilo.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



Entre los disolventes hidrófilos utilizables según este invento existen tres subgrupos preferidos, a saber:

- 1) los aptos para disolver polimerizados o policondensados lineales totalmente sintéticos, hilables, como por ejemplo los polimerizados de acrilonitrilo; 2) el grupo de los disolventes miscibles con el agua en cualquier proporción; y 3) el grupo de los disolventes desprovistos de grupos hidroxílicos.

10. Se prefieren en particular las mezclas de hidrocarburos alifáticos clorados con 50 %, a lo sumo, de un disolvente hidrófilo, en especial una amida de un ácido graso de peso molecular bajo, como la dimetilacetamida o la dimetilformamida.

15. El fulardeo o la estampación en medios orgánicos se efectúa preferentemente sin añadir dispersantes. Con esto se logra la ventaja de mayor facilidad en la limpieza del material textil teñido. Optativamente, sin embargo, pueden añadirse también tensiuros al baño de tinción o fulardeo. Cuando se emplean espesantes (como, por ejemplo, en la estampación), se eligen de preferencia éteres o ésteres de celulosa con viscosidad liminar elevada, es decir, granefecto espesante por unidad de peso.

20. La impregnación en el fular se realiza a la temperatura ambiente o en caliente. Después de pasar el material textil por la dispersión o solución de colorante, se



le exprime hasta el contenido deseado de solución de impregnación, de un 50 a 130 % del peso de fibra en seco.

- Después de salir del fular o de la máquina estampadora, el material impregnado o estampado, si se quiere, se
5. seca brevemente en corriente de aire caliente (por ejemplo, calentado a temperatura de 30 a 90° C) o se descarga de algún otro modo (por ejemplo, mediante centrifugación) de la mayor parte de la dispersión o solución de colorante que todavía arrastra, o se somete tal cual está a la fijación.
10. La fijación se realiza, según este invento, por acción de vapor de disolvente, insaturado, en una cámara en la que se hallan los materiales textiles y que, o bien está suficientemente aislada, o bien, de preferencia, se caldea complementariamente (por ejemplo, con una camisa de vapor). La cámara puede hallarse en comunicación con la atmósfera externa por medio de un refrigerador de reflujo en cuyo caso el disolvente condensado se devuelve, a ser posible, directamente a la unidad generadora de vapor.
15. Además de los disolventes orgánicos indicados ya antes para servir de disolventes, cabe destacar: la acetilacetona, el xileno, el etilbenceno, el 2-etoxietanol, la etilbutilcetona, la amilmetilcetona, el éter dibutílico, el n-butanol, el acetato de n-butilo, la butilmetilcetona,
- 20.



el 2-metoxietanol, el ciclohexanol, el tolueno, el ácido fórmico, el ácido acético, el ácido propiónico el clorobenceno, el tetracloroetileno, el 1:2-dicloroéter y el 1-cloro-2,3-epoxipropano.

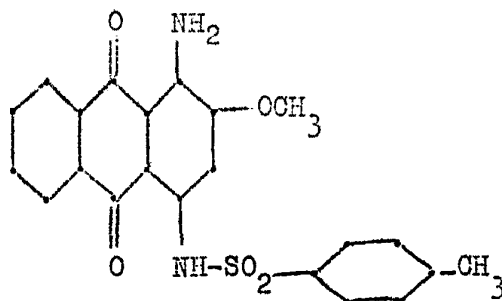
5. La fijación se realiza a temperaturas de 80 a 200° C por lo menos, y en particular de 110 a 180° C. El tiempo de fijación se determina a tenor de la rapidez con que la absorción de colorante alcanza el estado de equilibrio, que por lo general no tarda en producirse más de 30 a 120 segundos. Hay que vigilar que el vapor de disolvente no se condense.
- 10.

Las condiciones óptimas para la fijación, que excluyen el perjuicio de las fibras, se averiguan por simple ensayo previo.

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

Ejemplo 1.

20. En un molino de bolas se molieron hasta una pasta fina 10 partes del colorante



5. con 3 partes del producto de la condensación de ácido naptalín-2-sulfónico y formaldehído y 37 partes de agua. 20 partes de la pasta así obtenida se dispersaron en 400 partes de una solución de alginato sódico al 1 % y 600 partes de agua.
10. Con la solución de batanado resultante se fulardeó en frío un tejido de tereftalato de polietilenglicol, que luego se exprimió hasta retención del 65 % respecto al peso de la fibra y a continuación se secó a 120° durante un minuto.
15. La fijación del colorante se efectuó en una cámara mantenida a temperatura constante, provista de camisa externa con líquido calefactor, por acción de vapores recalentados de acetilacetona a 156°, durante un minuto. Después de enjabonar el tejido y lavarlo, se obtuvo una tintura rosada, igual y brillante.
- 20.

La cantidad de colorante en el tejido después del fulardeo (I) y del enjabonamiento (II) se determina colo-



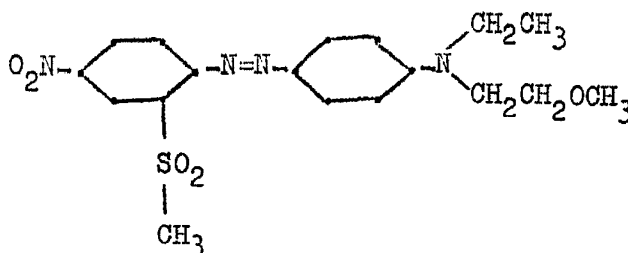
rimétricamente por extracción con clorobenceno (K.V. Datye, B.J. Kangle y B. Milicevic, "Textilveredlung", 2º volumen, página 263, 1967). Se halló así para la cantidad de colorante, en g por kg de tejido:

5.            I    =    13,46  
              II    =    11,27

o sea un grado de fijación de 84 %.

Ejemplo 2

10.            Se fulardea en frío el mismo tejido de poliéster del Ejemplo 1 con una solución de 40 partes del colorante de la fórmula



15.            en 1000 partes de una mezcla de propilenglicol y 2-etoxietanol (relación volumétrica, 1:4), se le seca a temperatura de 40 a 50º en corriente de aire caliente y a continuación se fija en vapor recalentado de ácido propiónico, a 161º, durante un minuto. Después del enjabonamiento y el lavado,
20.            resulta una tintura violada sólida. Para las cantidades de colorante se halla, como en el Ejemplo 1:



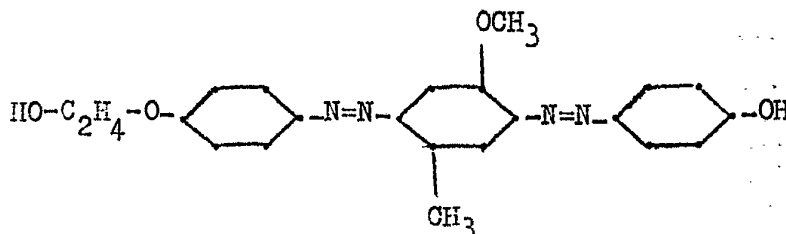
I = 9,47 g/kg

II = 8,76 g/kg,

o sea un grado de fijación de 95 %.

Ejemplo 3

5. Se fulardea de manera análoga a la del Ejemplo 2 un tejido de poliéster con el colorante de la fórmula



10. y se le seca. Se obtiene así una absorción I de colorante (véase el Ejemplo 1) de 13 g/kg. La fijación se realiza luego, respectivamente, por un minuto en vapor saturado (S) o por un minuto en vapor recalentado (R). Resultan los grados de fijación siguientes:

15.

	Vapor de fijación	Temperatura	
Etilbenceno	S	138°	27 %
	R	161°	53 %
Acido propiónico	S	141°	15 %
	R	161°	74 %
20. Acetilacetona	S	139°	7 %
	R	161°	85 %



	Etilbutilcetona	S	147°	15 %
		R	161°	79 %
	Xileno	S	140°	34 %
		R	161°	58 %
5.	2-etoxietanol	S	135°	31 %
		R	161°	65 %
	Tetracloroetileno	S	122°	8 %
		R	161°	60 %

10. Esta tabla demuestra el asombroso aumento del grado de fijación cuando se emplea vapor recalentado en lugar de vapor saturado. Si se vaporiza con tricloroetileno a 87°, sólo se obtiene el grado de fijación de 2,5 %.

#### Ejemplo 4

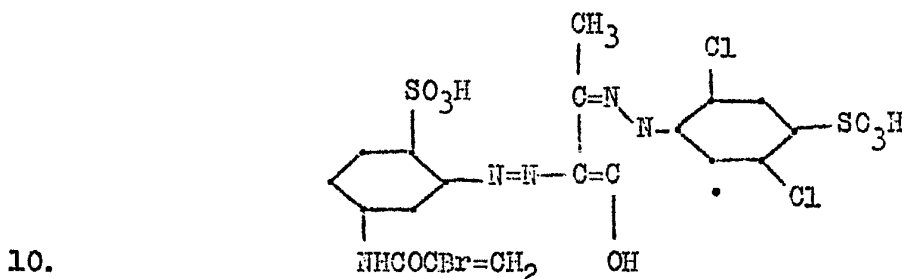
15. También pueden emplearse como medio de fijación vapores de mezclas aceótropas. El tejido del Ejemplo 3, impregnado de colorante y secado, se trató durante un minuto con vapores aceótropos de la composición siguiente:



Vapor de fijación	Temperatura	Grado de fijación
Dimetilformamida (18,7 %)	136°	60 %
Xileno (81,3 %)		
Tetracloroetano (32%)		
Acido fórmico (68 %)	103°	68 %
5. Clorobenceno (82 %)		
Acido propiónico (18 %)	130°	34 %

Ejemplo 5

Se fulardean 100 partes de tejido de poliamida (tejido de nilón) con una solución de 16 partes del colorante de la fórmula



15. y 40 partes de acetato amónico en 1000 volúmenes de agua, se exprime hasta un contenido de humedad del 75 % del peso de la fibra y se seca a 100° durante un minuto en corriente de aire caliente. Luego se trata el tejido durante un minuto a 116° con vapor recalentado de n-propano. El tejido queda teñido de un amarillo profundo.

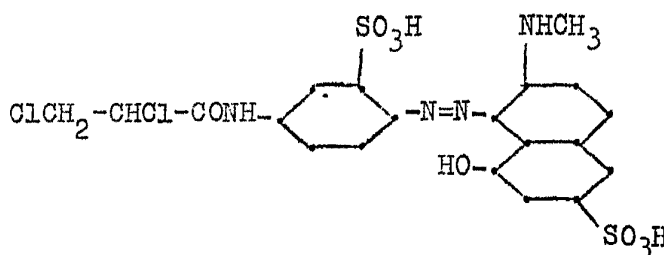
Si en vez de 16 partes se emplean sólo 2 partes del



colorante, se obtiene una tintura débilmente amarilla. Ambas tinturas están igualadas.

Ejemplo 6

Se impregna de manera análoga tejido de nilón con el colorante de la fórmula

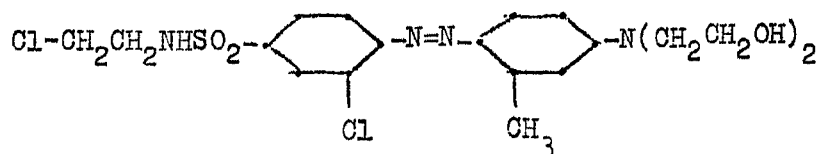


Después del secado, se fija el tejido durante un minuto a 153° con vapor recalentado de 2-etoxi-etanol. El tejido queda teñido con un matiz azul oscuro rojizo.

Si se emplean solamente 2 partes del colorante, se obtiene una tintura azul rojiza débil. Ambos tejidos están teñidos con igualdad.

15. Ejemplo 7

Se fulardean 100 partes de tejido de nilón con una dispersión de 16 partes del colorante de la fórmula





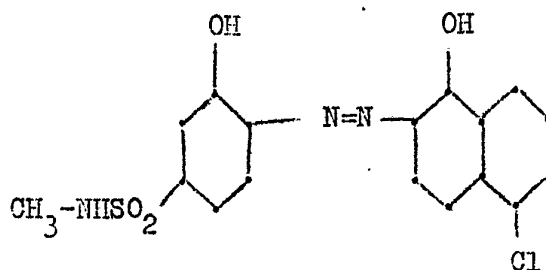
y 20 partes de carbonato sódico en 1000 partes de agua, se exprime hasta retención de 75 % respecto al peso del tejido y se fija durante un minuto a 153° con vapor recalentado de 2-etoxi-etanol. El tejido queda teñido de escarlata con tonos profundos.

5.

Si se emplea el mismo colorante en cantidad de 2 partes, se obtiene una tintura rojoescarlata más débil. Ambas tinturas están igualadas.

Ejemplo 8

10. Se fulardean 100 partes de un tejido de nilón con una solución de 50 partes del complejo 1:2-crómico del colorante de la fórmula



15.

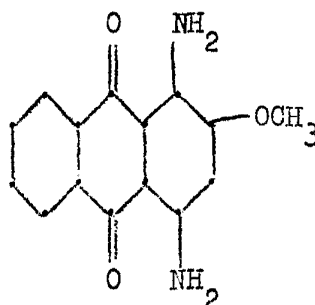
en 1000 partes de agua, se exprime hasta retención del 75 % respecto al peso de la fibra y se seca durante un minuto a 100° en corriente de aire caliente. Luego se fija la tintura durante un minuto en vapor recalentado de acetilacetona, a 153°. El tejido queda teñido de azul oscuro.



Si el colorante se emplea únicamente en cantidad de 2 partes, se obtiene una tintura azul débil. Ambas tinturas están igualadas.

Ejemplo 9

5. Se fulardean 100 partes de tejido de nilón con una dispersión de 16 partes del colorante de la fórmula.



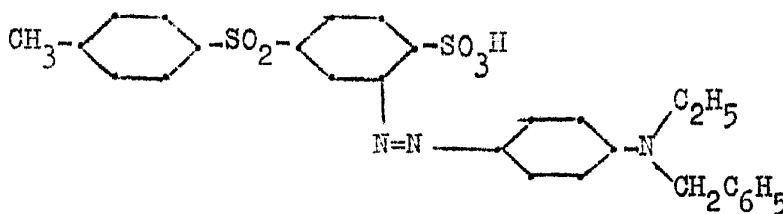
10. en 1000 partes de agua, se exprime hasta un contenido de humedad del 75 % respecto al peso de la fibra y se seca durante un minuto a 100° en corriente de aire caliente. Se fija la tintura con vapor recalentado de acetilacetona, a 153°, durante un minuto. El tejido queda teñido de rosado oscuro.
- 15.

Si se emplean únicamente 2 partes del colorante, se obtiene una tintura rosada débil. Ambas tinturas están igualadas.



Ejemplo 10

Se fulardean 100 partes de tejido de nilón con una solución de 33 partes del colorante de la fórmula



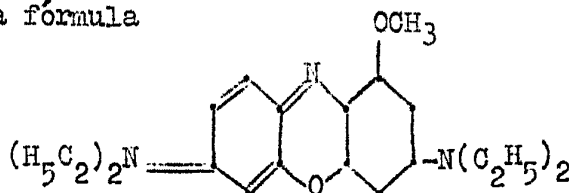
en 1000 partes de agua, se exprime hasta retención del 75 % respecto al peso de la fibra y se seca durante un minuto en corriente de aire caliente, a 100°. Luego se fija la tinte con vapor recalentado de acetilacetona, a 153°, durante 80 segundos.

10.

Si se emplea el mismo colorante en cantidad de 2 g por litro únicamente, se obtiene una tintura anaranjada débil. Ambas tinturas están igualadas.

Ejemplo 11

15. Se fulardean 100 partes de tejido de poliacrilonitrilo (orlon) con una solución de 66 partes del colorante de la fórmula





en 1000 volúmenes de agua, se exprime hasta un contenido de humedad del 75 % respecto al peso de la fibra y se seca a 100° durante un minuto en corriente de aire caliente. Luego se fija el tejido a 116° durante un minuto con vapor.  
5. recalentado de acetilacetona a 140°. Se obtiene un tejido teñido de azul.



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de las demandas de patentes suizas núms. 6998/68 del 10-5-68 y 3404/69 del 6-3-69.

5. 1. Procedimiento para teñir material textil, en particular a base de fibras sintéticas, caracterizado por impregnarse, y en particular fulardearse o estamparse, primeramente el material textil con una solución o dispersión de un colorante a lo menos y a continuación tratarse con el vapor recalentado de uno o varios disolventes orgánicos
10. el material textil impregnado.
  2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por teñirse material de poliéster.
  3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por emplearse vapor recalentado de los disolventes acetilacetona, xileno, etilbenceno, 2-etoxietanol, etilbutilcetona, amilmetilcetona, éter dibutílico, n-butanol, acetato de n-butilo, butilmetilcetona, 2-metoxietanol, ciclohexanol, tolueno, ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, clorobenceno, tetracloroetileno, 1:2-dicloroetano y 1-cloro-2:3-epoxipropano.
- 15.
- 20.



4. Procedimiento según la reivindicación 3, carac-  
terizado por emplearse, para la producción del vapor, clo-  
robenceno, acetilacetona y percloroetileno.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2,  
5. caracterizado por emplearse, para la producción del vapor,  
una mezcla aceótropa.
6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5,  
caracterizado por impregnarse, y en particular fulardearse  
o estamparse, en la primera etapa con una dispersión acuosa  
10. de un colorante a lo menos.
7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5,  
caracterizado por impregnarse, y en particular fulardearse  
o estamparse, en la primera etapa con una solución de un  
colorante a lo menos en un disolvente a lo menos.
15. 8. Procedimiento según la reivindicación 7, carac-  
terizado por emplearse también para la producción de vapor  
el medio orgánico de la solución de impregnación.
9. Procedimiento según las reivindicación 1 a 7,  
caracterizado por secarse, antes del tratamiento con vapor,  
20. el material textil impregnado.
10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7,  
caracterizado por someterse el material textil impregnado,  
sin secado, al tratamiento con vapor.



11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por emplearse, en calidad de colorantes, colorantes de dispersión,

5. 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3 a 10, caracterizado por teñirse con colorantes ácidos o con colorantes de dispersión material textil de fibras de nilón.

13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3 a 10, caracterizado por teñirse con colorantes cuaternarios material textil de fibras acrílicas.

10. 14. Procedimiento para teñir material textil.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 22 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 9 de Mayo de 1.969

p.a.

~~JAIME ISEAR~~

~~F. R. JOSÉ RODRIGUEZ~~