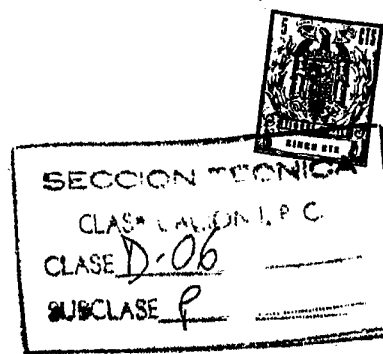


Case 1-2990



376844

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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR Y ESTAMPAR CONTINUAMENTE MATERIAL FIBROSO DE POLIAMIDA SINTETICA", a favor de la firma suiza J.R. GEIGY A.G., residente en BASILEA (Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para teñir y estampar continuamente material fibroso de poliamida sintética, a la solución de color para ello utilizada así como al material fibroso teñido o bien estampado según este procedimiento.

5.

Se conoce que puede teñirse o estamparse material fibroso de poliamida sintética con la solución de un colorante acuosoluble o de un colorante de dispersión en una mezcla, que consta de un hidrocarburo eventualmente halogenado, que hierve entre 50 y 150°C y de un disolvente orgánico líquido, soluble en agua, que hierve por debajo de

10.

POOR
QUALITY



376844

- 220°C, en donde se impregna o estampa el material fibroso con esta solución, se elimina del material el disolvente en exceso y se fija la tinción o bien el estampado de color mediante un termotratamiento posterior. Este procedimiento tiene el inconveniente de que muchos de los colorantes conocidos no son bastante solubles en las mezclas de disolventes utilizadas, de forma que a menudo pueden originarse tinciones o bien estampados solo de color débil, por lo que la utilización de este procedimiento está limitado a un número relativamente escaso de colorantes apropiados. Además, son en parte de desear las propiedades de solidez, como por ejemplo la solidez al roce, al sudor y a la limpieza en seco y -en caso de utilizarse colorantes de dispersión- también la solidez al sublimado de las tinciones o bien estampados originados según este procedimiento.
- 5.
- 10.
- 15.

- Ahora se ha encontrado, que las sales de color de un colorante aniónico y un compuesto de nitrógeno orgánico, que muestra por lo menos un átomo de nitrógeno apto para la formación de sal, son bien solubles en hidrocarburos eventualmente halogenados, que hierven entre 50 y 150° o en sus mezclas con disolventes orgánicos líquidos, que hierven por debajo de 220°C, solubles en agua y porque tales soluciones son apropiadas para originar tinciones o estampados sobre poliamida sintética, sólidas, de color intenso y homogéneas.
- 20.
- 25.

El procedimiento según la invención se caracteriza



376844

- por ello, en que el material fibroso de poliamida sintética, se impregna o estampa con la solución de por lo menos una sal de color, que consta de radical aniónico de un colorante aniónico y por lo menos un compuesto de nitrógeno orgánico, que muestra por lo menos un átomo de nitrógeno apto para la formación de sal, en un disolvente o bien mezcla de disolventes que contiene eventualmente espesantes, que consta de hidrocarburo halogenado eventualmente, que hierve entre 50 y 150°C y eventualmente un disolvente orgánico líquido, soluble en agua, que hierve por debajo de 220°C, se elimina una parte esencial del disolvente en exceso y la tinción o bien el estampado de color se fija mediante un termotratamiento a temperaturas por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso.
- 5.
- 10.
15. El átomo de nitrógeno apto para la formación de sal de los compuestos de nitrógeno orgánicos utilizables según la invención puede presentarse en forma de un grupo amino primario, secundario, terciario o cuaternario. Como compuestos especialmente apropiados se citan por ejemplo:
20. 1. Las aminas alifáticas substituidas o insubstituidas, como butilamina, hexilamina, octilamina, decilamina, dodecilamina, tetradecilamina, octadecilamina, dietilamina, dibutilamina, dioctilamina, didodecilamina, N-metil-N-dodecilamina, N-etil-N-octadecilamina, trietilamina, tributilamina, N,N-dimetil-N-dodecilamina, N,N-dimetil-N-octadecilamina, beta-hidroxietilamina, gamma-hidroxiopropilamina,
- 25.

376844



- N-beta-hidroxietyl-N-dodecilamina, gamma-metoxipropilamina, N-gamma-metoxipropil-N-dodecilamina, N-beta-hidroxietyl-N-octadecilamina, hidróxido N,N-dimetil-N-bencil-dodecilamónico, hidróxido N,N,N-trimetil-octadecilamónico e hidróxido trimetildodecilamónico.
- 5.
2. Las diaminas y triaminas alifáticas substituidas o insubstituidas, como 1,2-etilendiamina, 1,3-propilendiamina, dietilentriamina, 1,1-bis-metil-propilendiamina, 1,1-bis-dodecil-propilendiamina, 1,1-bis-ciclohexil-propilendiamina, 1,1-bis-bencil-propilendiamina, N,N'-bis-fenil-etilendiamina, N,N,N',N'-tetrapropil-propilendiamina, N,N,N',N'-tetrabencil-propilendiamina, N,N,N',N'-tetra-beta-hidroxietyl-propilendiamina, 1-dodecil-etilendiamina, 1-octadecil-etilendiamina y 1-octadecil-dietilentriamina.
- 10.
3. Las cicloalquilaminas substituidas o insubstituidas, como ciclohexilamina, N-metilciclohexilamina, N-octilciclohexilamina, N-beta-hidroxietyl-ciclohexilamina, N-metil-N-beta-hidroxietyl-ciclohexilamina, diciclohexilamina, hidróxido trimetilciclohexilamónico y dehidroabietilamina.
- 15.
4. Las aralquilaminas substituidas o insubstituidas, como bencilamina, beta-feniletilamina, N-beta-hidroxietylen-cilamina, N-gamma-metoxipropilbencilamina, N-beta-cianoetilbencilamina, N-metil-N-gamma-metoxipropilbencilamina, N-octilbencilamina, N-octadecilbencilamina y dibencilamina.
- 20.
5. Las aminas aromáticas substituidas o insubstituidas,
- 25.



376844

en especial aminas aromáticas mononucleares, como anilina, N-metilanilina, N,N-dimetilanilina, N,N-dibutilanilina, N-beta-hidroxi-etil-N-metilanilina y toluidina.

5. 6. Las amidinas insustituidas o sustituidas, como acetamidina, benzamidina, lauramidina, estearamidina, así como N-metil-lauramidina, N-butil-laureamidina, N-fenil-lauramidina, N-bencil-lauramidina, N-metil-estearamidina, N-bencil-estearamidina o N-ciclohexil-estearamidina.
10. 7. Las guanidinas, como fenilguanidina, bencilguanidina, dodecilguanidina y octadecilguanidina.
8. Las hidracinas, como fenilhidracina o undecilhidracina.
15. 9. Los heterociclos de cinco o seis miembros, conteniendo nitrógeno, que pueden estar parcialmente o totalmente saturados.

Como heterociclos conteniendo nitrógeno de cinco miembros, pueden entrar en consideración por ejemplo: pirroles, como metilpirrol y bencilpirrol; pirrolinas, como metilpirrolina o bencilpirrolina; además pirrolidinas, como
20. metilpirrolidina, butilpirrolidina o dodecilpirrolidina; pirazoles, pirazolinas, como N-metilpirazolina; pirazolidinas, en especial imidazolinas, como 2-heptilimidazolina, 2-undecilimidazolina, 2-heptadecilimidazolina, 1-metil-2-undecilimidazolina, 1-beta-hidroxi-etil-2-undecilimidazolina, 1-beta-hidroxi-etil-2-heptadecilimidazolina y 2-aminoetil-1-hep-
- 25.



376844

tadecilimidazolina.

Como heterociclos conteniendo nitrógeno, de seis miembros pueden entrar en consideración por ejemplo: piperidina y sus derivados, en especial N-alkuil-piperidinas

5. o N-araalkuilpiperidinas, como N-metil-piperidina, N-dodecil-piperidina y N-bencilpiperidina; piperazinas, como N-octadecil-piperazina; morfolina y sobre todo sus derivados N-alkuilicos y N-araalkuilicos, como N-butilmorfolina, N-octadecilmorfolina o N-bencilmorfolino; quinuclidina,
10. piridina, hidroxí de N-metilpiridinio y de octadeciloxi-metilenpiridinio; pirimidinas, como dihidro-pirimidinas y sobre todo tetrahidro-pirimidinas, por ejemplo 2-heptil-tetrahidropirimidina, 2-undecil-tetrahidropirimidina, 2-heptadecil-tetrahidropirimidina, 1-metil-2-undecil-tetrahidropirimidina o 1-beta-hidroxietil-2-heptadeciltetrahidropirimidina;
15. 2-amino-1-octadecil-tetrahidro-pirimidina; 1,3,5-triazinas, sobre todo derivados de 2,4,6-triamino-1,3,5-triazinas, como 2-dodecilamino-4,6-bis-amino-1,3,5-triazina o 2-betadecilamino-4,6-bis-amino-1,3,5-triazina,
20. 2-heptadecil-4,6-bis-amino-1,3,5-triazina; o derivados de hexahidro-1,3,5-triazina; o derivados de hexahidro-1,3,5-triazina.

10. Heterociclos condensados conteniendo nitrógeno, como indolinas e indolonas.

25. Son ventajosas las alkuilaminas con un radical alkílico que muestra de preferencia de 12 a 18 átomos de

376844



5. carbono, en especial dodecilamina y octadecilamina; las alquilguanidinas con de preferencia de 12 a 18 átomos de carbono en el radical alquílico, como dodecilguanidina u octadecilguanidina; las alquilamidinas con de preferencia de 12 a 18 átomos de carbono en el radical alquílico, como N-metil-estearamidina o N-bencil-lauramidina; las alquilimidazolininas y las alquiltetrahidropirimidinas con de preferencia de 11 a 18 átomos de carbono en el radical alquílico, como 2-undecil-imidazolina, 2-heptadecil-imidazolina, 2-undeciltetrahidropirimidina, así como 2-heptadeciltetrahidropirimidina y sus derivados N-alquílicos, y por último las cicloalquilaminas y las aralquilaminas, como dicitclohexilamina y dibencilamina.

15. La utilización según la invención de los compuestos de nitrógeno orgánicos de acuerdo con la definición favorece la difusión de los colorantes en las fibras en forma esencialmente total, por lo que en muchos casos se mejoran las propiedades de solidez de las tinciones con ellos obtenidas.

20. Hidrocarburos apropiados que hierven entre en 50 y 150°C son por ejemplo los hidrocarburos aromáticos, como tolueno o xileno; sin embargo se utilizan de preferencia hidrocarburos halogenados, en especial clorados, por ejemplo clorobenceno, pero sobre todo a causa de su en general más fácil regenerabilidad e incombustibilidad, los hidrocarburos halogenados inferiores alifáticos, particularmente los hidrocarburos clorados, por ejemplo cloroformo,
- 25.

376844



tetracloruro de carbono, tetracloroetileno ("percloroetileno"), trifluorotricloroetano, dicloroetano, tetracloroetano o dibromoetileno y sobre todo tricloroetileno. Pueden utilizarse asimismo mezclas de tales disolventes.

5. En casos deseados se ha mostrado como ventajosa la utilización de una mezcla de disolventes, que consta de 50 a 99% en peso de hidrocarburos halogenados eventualmente, que hierven entre 50 y 150°C y de 50 a 1% en peso de un disolvente orgánico líquido, soluble en agua, que hierve por debajo de 220°C.
- 10.

- Bajo "disolventes orgánicos líquidos, solubles en agua, que hierven por debajo de 220°C" se comprenden los disolventes termoestables, que no son solo solubles en agua en fracciones de tanto por ciento, sino también a cualquier tanto por ciento. Como ejemplos de ello pueden entrar en consideración los alcanoles superiores, como los butanoles o los alcoholes amílicos, los alcoholes cicloalifáticos, como ciclohexanol, los alcoholes aralifáticos, como alcohol bencílico, o las cetonas alifáticas o cicloalifáticas, como metiletilcetona o bien ciclohexanona. Sin embargo son ventajosos aquellos disolventes de acuerdo con la definición, que son miscibles con agua. Ejemplos de ellos son: los alcoholes alifáticos inferiores monovalentes, como los alcanoles inferiores, por ejemplo metanol, etanol, n-propanol o iso-propanol; los éteres monoalquílicos de etilenglicol, como éter monometílico o monoetil-
- 15.
- 20.
- 25.



376844

- lico de etilenglicol; asimismo el alcohol furfurílico o tetrahidrofurfurílico o los alcoholes alifáticos bivalentes, como etilenglicol o 1,2-propilenglicol; además las cetonas alifáticas inferiores, como acetona; los éteres
5. cíclicos inferiores, como dioxano; además las N,N-dialquilamidas de ácidos monocarboxílicos inferiores, como dimetilformamida o dimetilacetamida; las amidas de los ácidos carbónicos, como N,N,N',N'-tetrametilurea, así como también mezclas de tales disolventes orgánicos, líquidos, so-
10. lubles en agua.

La composición del disolvente o bien de la mezcla de disolventes se rige según la solubilidad del colorante o mezcla de colorante a utilizar. Para ello debe procurarse que se presente una solución de colorante homogénea y clara.

15. Son ventajosas las mezclas de disolvente, que constan de 80 a 99% en peso de colorante alifático inferior clorado, que hierve entre 50 y 150°C y de 20 a 1% en peso de un disolvente orgánico miscible con agua, que hierve por debajo de 220°C. Da en especial buen resultado una mezcla
20. que consta de 90 a 99% en peso de tricloroetileno o percloroetileno y 10 a 1% en peso de un alcohol o N,N-dialquilamida inferior de un ácido monocarboxílico inferior, en especial una mezcla que consta de 90 a 99% en peso de tricloroetileno o percloroetileno y de 10 a 1% en peso de
25. dimetilacetamida o metanol.

Los colorantes aniónicos utilizados según la inven-

376844



- ción pueden pertenecer a diferentes clases, como por ejemplo los colorantes de oxazina, tetrafenilmetano, xanteno, nitro, metina, quinoftalona, acridona o ftalocianina, sin embargo en especial de la clase de los colorantes monoazoicos, disazoicos o poliazoicos exentos de metal y metalizados o de los colorantes de antraquinona. Entre los colorantes azoicos y de antraquinona citados toman una posición ventajosa aquellos que muestran uno o dos grupos de ácido sulfónico. Como colorantes complejos azoicos pueden entrar en consideración por ejemplo aquellos, que muestran sobre un átomo de metal dos moléculas de colorante azoico. Como átomos de metal pueden entrar en consideración sobre todo cromo o cobalto. Además estos complejos 1:2-metálicos pueden estar exentos asimismo de grupos ácidos, acuosolubles, como grupos de ácido carboxílico y en especial grupos de ácido sulfónico y pueden mostrar en su lugar grupos de alquilsulfonilo o de sulfamilo eventuales. Sorprendentemente, se obtiene según el procedimiento de acuerdo con la invención asimismo con tales complejos 1:2-metálico, en especial tinciones de color intenso y sólidas. También se obtienen buenos resultados con colorantes de formazan, que muestran en calidad de átomo de metal sobre todo cobre, pero también níquel.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Una ventaja especial del procedimiento según la invención consiste en que es apropiado preferentemente para teñir y estampar material fibroso de poliamida sintética con mezclas de colorantes aniónicos de clases diferen-
- 25.

376844



- tes, por ejemplo mezclas de los colorantes complejos 1:2-metálicos que muestran grupos alquilsulfonílicos y/o sulfamoi-
licos arriba citados con colorantes conteniendo grupos de
ácido sulfónico, exentos de metal. Además se obtiene en
5. muchos casos en contraposición a una aplicación correspon-
diente en medio acuoso, tinciones muy homogéneas.

- La preparación de las sales de color del colorante
aniónico y del compuesto de nitrógeno orgánico, que muestra
por lo menos un átomo de nitrógeno apto para formación de
10. sal puede efectuarse por sí misma in situ, es decir en la
solución de teñido. De preferencia se prepara sin embargo
primero las sales de color en una forma de por sí conocida
y luego se adiciona a la solución de teñido; además puede
efectuarse la preparación de las sales de color por ejemplo
15. mediante reacción doble de la sal alcalinometálica o amó-
nica del colorante, en especial la sal sódica del coloran-
te, con una sal de un compuesto de nitrógeno orgánico uti-
lizado según la invención con un ácido fuerte, por ejemplo
ácido clorhídrico, o directamente mediante neutralización
20. de los colorantes aniónicos en forma de sus ácidos sulfó-
nicos libres con el compuesto de nitrógeno orgánico corres-
pondiente. Si las sales de colorante se preparan in situ,
se utilizan los colorantes aniónicos ventajosamente asimismo
en forma de sus sales alcalinometálicas o amónicas, en es-
25. pecial en forma de sus sales sódicas. Asimismo el compues-
to de nitrógeno orgánico se utiliza convenientemente en
forma de una sal con un ácido fuerte, con lo cual se efec-

376844



- túa la formación de la sal del colorante deseada mediante solidificado doble. En este último caso es ventajoso librar al baño de color de la introducción de materiales fibrosos a teñir de mezclas insolubles, por ejemplo mediante filtración.
- 5.

Quando se utiliza colorantes aniónicos, que pueden formar iones de colorante que carga dos veces negativamente, no se requiere en muchos casos que se realice una adición cuantitativa con la base de nitrógeno orgánica.

10. La solución de color a utilizar según la invención contiene de preferencia, según la profundidad de color deseada, de 0,1 a 10% en peso de uno o más de los colorantes aniónicos citados.

15. En caso necesario la solución de color utilizable según la invención puede contener asimismo espesantes, con ventaja aquellos, que son solubles en los disolventes o bien mezclas de disolventes según la definición, por ejemplo celulosa etílica N200 de la firma Hercules Powder, USA.

20. Como material fibroso de poliamida sintética, que se tiñe o estampa según la invención, pueden entrar en consideración sobre todo polihexametilenadipinamida (poliamida 6,6, nilón), policaprolactama (poliamida 6, "Perlon") y ácido poliaminoundecánico (poliamida 11, "RILSAN"), en especial en forma de filamento, además asimismo fibras de poliamida sintética, texturadas, como "BANLON".
25. El material fibroso citado puede teñirse o estamparse según la

376844



invención en cualquier forma, por ejemplo en forma de copos, fibras peinadas, hilo o de preferencia tejidos.

- La impregnación del material fibroso se efectúa por ejemplo mediante presión o rociado, de preferencia sin embargo por fulardeo. En el último caso, el material fibroso se conduce continuamente con ventaja a temperatura ambiente por la solución de teñido y luego se exprime al contenido deseado en solución de impregnado de aproximadamente 30 a 150% (calculado sobre el peso del género seco).
5. La parte principal del disolvente o bien mezcla de disolventes que permanece en el material fibroso se elimina ventajosamente a continuación bajo condiciones suaves de 40 a 80°C, en especial en una corriente de aire seco caliente. La fijación del colorante sobre el material fibroso todavía húmedo, liberado del líquido de teñido en exceso o ya seco se efectúa por ejemplo mediante vaporizado en vapor de agua o vaporizado en disolvente, sin embargo de preferencia mediante un termotratamiento seco por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso. Es-
10. tos dos tipos de termotratamiento pueden también utilizarse combinados. Para el termotratamiento seco es apropiada una acción con corriente alterna de alta frecuencia o irradiación con rayos infrarrojos; sin embargo de preferencia se realiza la fijación del colorante sobre el
15. material fibroso en corriente de aire caliente y sobre todo mediante calor por contacto de 150 a 230°C, en especial a una temperatura de 190 a aproximadamente 220°C, du-
- 20.
- 25.



376844

rante 60 a 180 segundos.

Según el procedimiento de acuerdo con la invención se obtiene sobre el material fibroso citado, tinciones homogéneas, de color fuerte y sólidas sin ningún tratamiento posterior, por ejemplo sólidas a la limpieza en seco, al lavado, al sudor y al roce.

5.

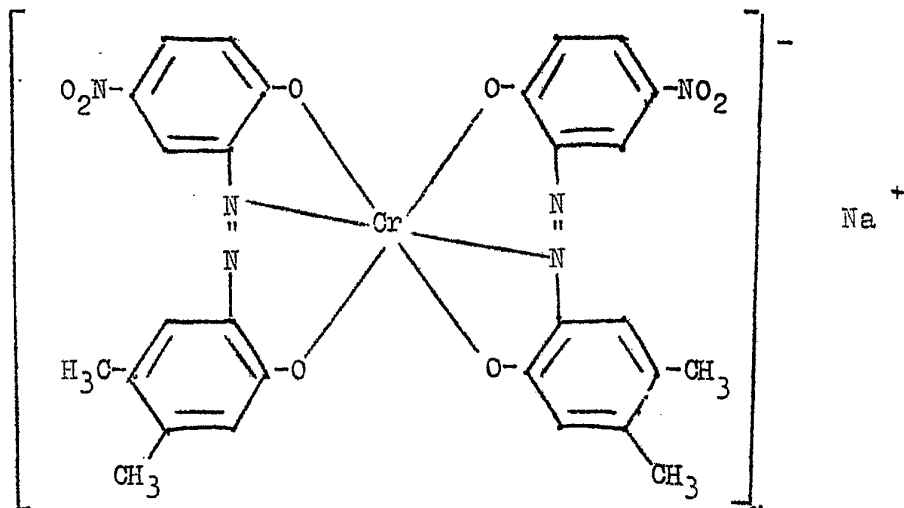
En los ejemplos siguientes las temperaturas se indican en grados Celsius.

EJEMPLO 1

10.

Se disuelve 6,95 gramos del colorante de la fórmula

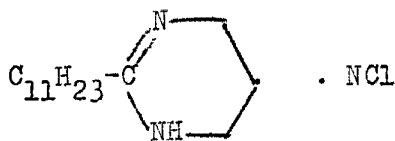
15.



20.

en 50 gramos de metanol. Por separado se disuelven 3,0 gramos del compuesto de nitrógeno de la fórmula

376844

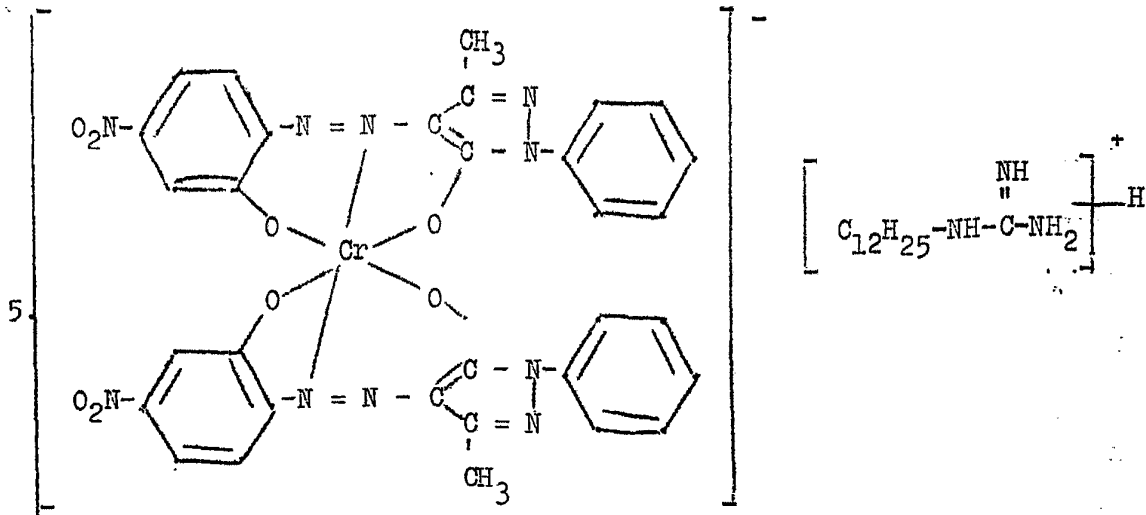


- en 20 gramos de metanol. Ambas soluciones se vierten luego juntas, se agita a fondo y a continuación se deslíe con 920 gramos de tricloroetileno. Mediante la filtración de la solución se separan escasas precipitaciones, que constan sobre todo de cloruro sódico. Con la solución de sal de color clara así obtenida, se impregna un tejido de poliamida 6, se exprime de una absorción de baño del 80%, calculada sobre el peso seco del género, el tejido impregnado se seca en corriente de aire a 80° y se fija a 200° durante 90 segundos. Así se obtiene una tinción de color fuerte, homogénea y bien desarrollada, pardo oscura con buena solidez al roce.
- 5.
- 10.
15. Si en el ejemplo anterior se renuncia a la adición del clorhidrato de 2-undecil-tetrahidropirimidina, se obtiene una tinción esencialmente más débil.

EJEMPLO 2

- Se disuelve 10 gramos de la sal de color de la fórmula
- 20.

376844



10. en una mezcla de disolventes, que consta de 920 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol. Con esta solución se impregna un tejido de punto de poliamida 6, como se describe en el Ejemplo 1. Luego la tinción se termofija a 200° durante 90 segundos.

15. Se obtiene una tinción roja, de color intenso, homogénea y bien desarrollada sobre el material antes citado.

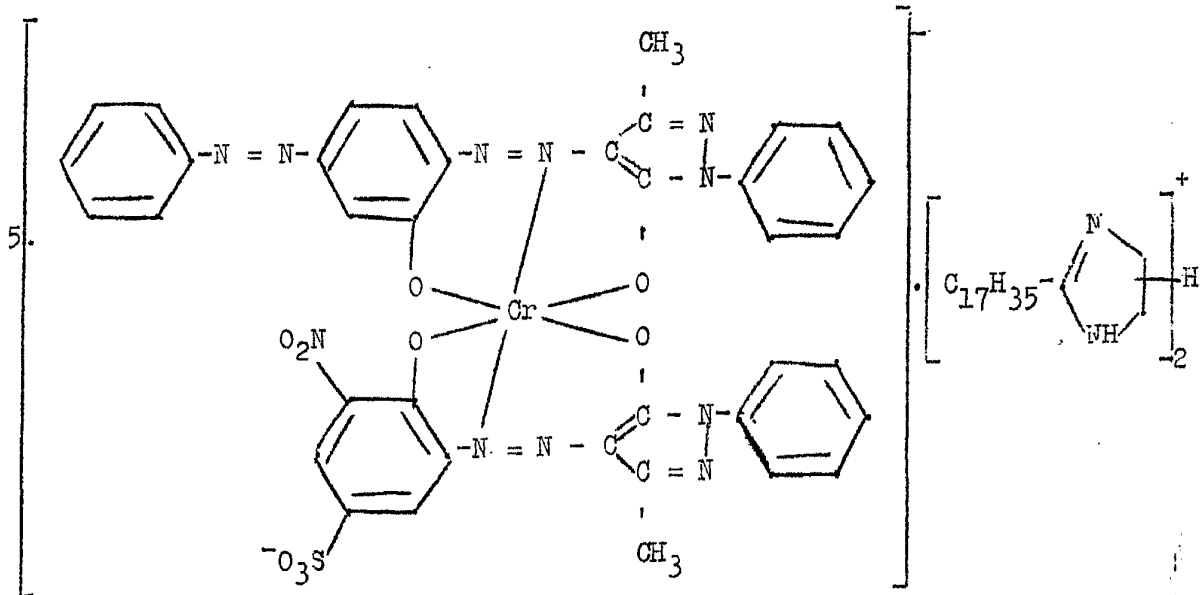
20. Si se utiliza en lugar de la sal de color descrita, una dosis correspondiente de la sal sódica del colorante y se procede usualmente a como se describe en el Ejemplo, se obtiene una tinción esencialmente más débil.

376844



EJEMPLO 3

10 gramos de la sal de colorante de la fórmula



10. se disuelven en 990 gramos de tricloroetileno. Con la solución obtenida se impregna un tejido de poliamida 6. Tras el exprimido de una absorción de baño del 80%, se seca el tejido impregnado en corriente de aire a 80° y a continuación se ternofija a 200° durante 90 segundos.

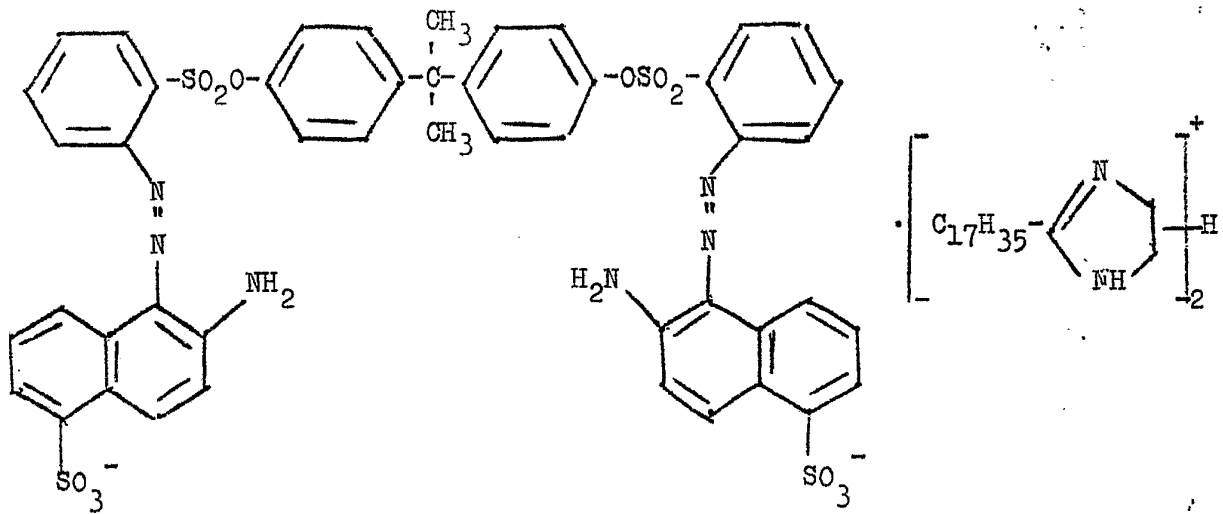
15. Se obtiene una tinción roja, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce.



376844

EJEMPLO 4

Se disuelve 10 gramos de la sal de colorante de la fórmula



10. en una mezcla de disolventes, que consta de 920 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol. Con esta solución se impregna un género de punto de poliamida 6 como se describe en el Ejemplo 1. Luego la tinción se termofija a 200° durante 90 segundos.

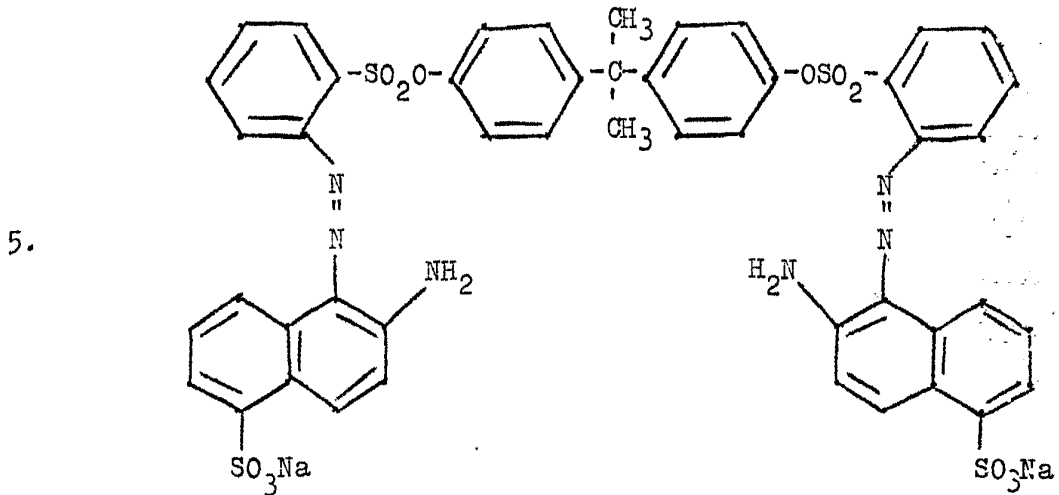
15. Se obtiene una tinción anaranjada, de color intenso, homogénea y bien desarrollada sobre el material antes citado.

La sal de colorante anterior se obtiene por ejemplo como sigue:

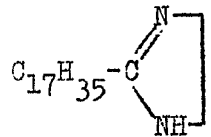


376844

Se disuelven 10,5 gramos del colorante de la fórmula



10. en 1.000 cc de agua de 50°. Por separado se suspenden 5,9 gramos del compuesto de nitrógeno de la fórmula



15. en aproximadamente 200 cc de agua de 50° y se trata con 2 cc de ácido clorhídrico al 30%. Luego la solución original se completa a 1.000 cc bajo agitación con agua calentada a 80°, con lo cual se origina una solución clara. Seguidamente se vierten conjuntamente ambas soluciones de modo que

20. se forma inmediatamente un precipitado amorfo. Se deja reposar durante 24 horas y luego se decanta el agua sobrenada

376844

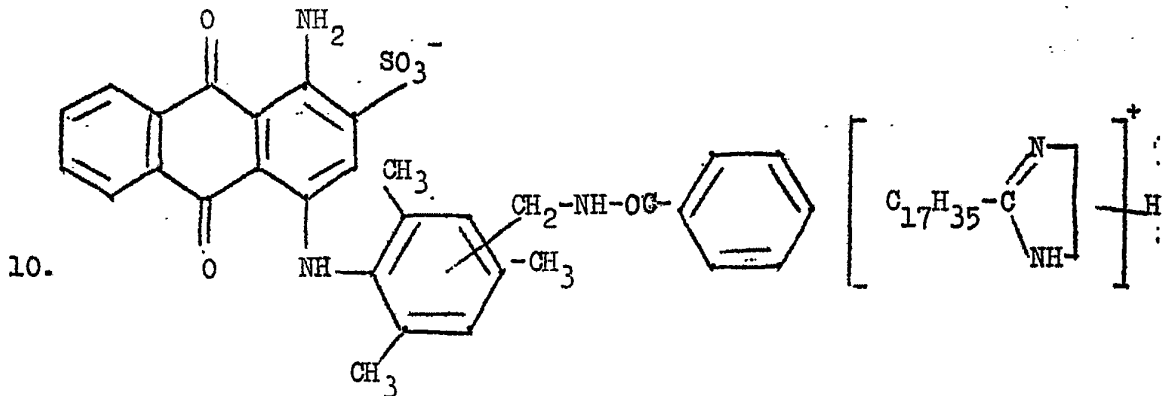


dante. El residuo amorfo se seca a 50° en vacío. Así se obtiene 13,1 gramos de la sal de colorante de la fórmula anterior como masa sólida y quebradiza. Esta es por ejemplo de muy buena solubilidad en metanol, etanol, alcohol bencílico y dimetilformamida.

5.

EJEMPLO 5

Se disuelven 10 gramos de la sal de colorante de la fórmula



15.

en una mezcla de disolventes, que consta de 920 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol. Con la solución de colorante azul clara obtenida se impregna tejido de poliamida 6,6 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime de una absorción de baño de aproximadamente el 80%, calculada sobre el peso seco del tejido y se seca de 40 a 80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego durante 90 segundos a 210°.



376844

Se obtiene una tinción azul, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce, al agua y a la limpieza en seco. Si se utiliza en lugar de un tejido de poliamida 6,6, un tejido o género de punto de poliamida 6 y se procede usualmente a como se indica en el Ejemplo, se obtiene asimismo una tinción azul, de color intenso y bien desarrollada con buena solidez al roce.

Si en el ejemplo anterior se substituye los 70 gramos de metanol por una dosis igual de uno de los disolventes indicados en la Tabla I siguiente, columna 2, y se procede usualmente a como se describe en el Ejemplo, se obtiene tinciones azules de igual calidad.

TABLA I

Ejemplo Nº	Disolvente miscible con agua
15. 6	Etanol
7	Isopropanol
8	Eter monometílico de etilenglicol
9	Alcohol tetrahidrofurfurílico
10	Etilenglicol
20. 11	1,2-propilenglicol
12	Dioxano
13	Acetona
14	Dimetilformamida



376844

5. Cuando en los ejemplos 5 a 14 se utiliza en lugar de 920 gramos de tricloroetileno, la misma dosis de uno de los hidrocarburos o bien hidrocarburos clorados indicados en la siguiente Tabla II columna 2, y por lo demás se procede igual a como se indica en este Ejemplo, se obtiene asimismo tinciones homogéneas y bien desarrolladas.

TABLA II

Ejemplo N°	Hidrocarburo o bien hidrocarburo clorado
15	Tolueno
16	Xileno
17	Tetracloroetileno

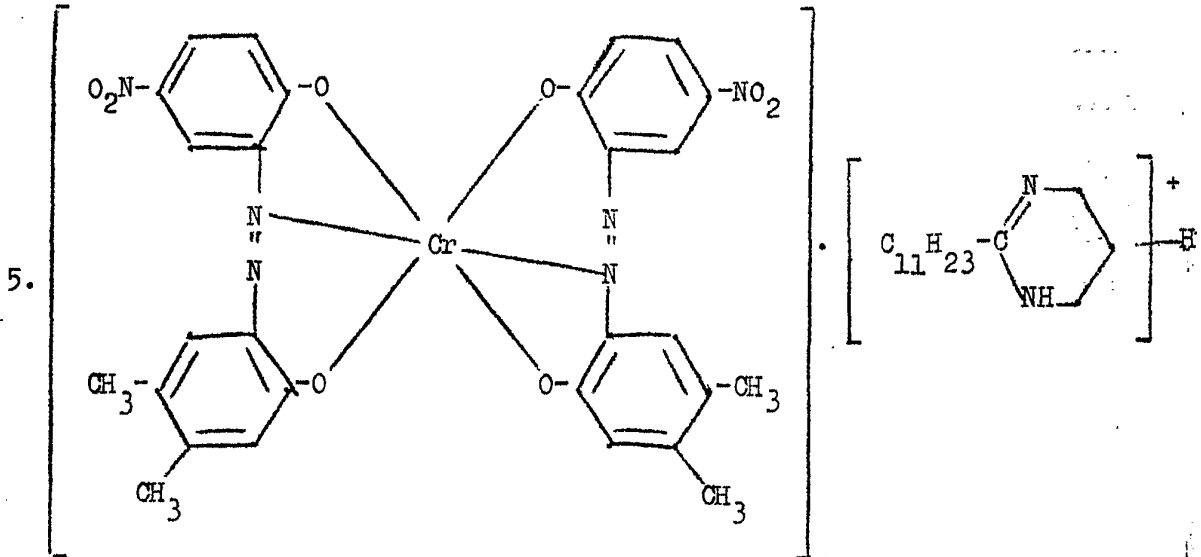
10.

EJEMPLO 18

Se disuelven 20 gramos de la sal de colorante de la fórmula



376844



10. en una mezcla de disolventes, que consta de 920 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol. Con la solución de colorante pardo oscura, clara así obtenida se impregna tejido de poliamida 6,6 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime de una absorción de baño de aproximadamente el 80%, calculada sobre el peso seco del género y se seca de 40 a 80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego durante 90 segundos a 210°.
- 15.

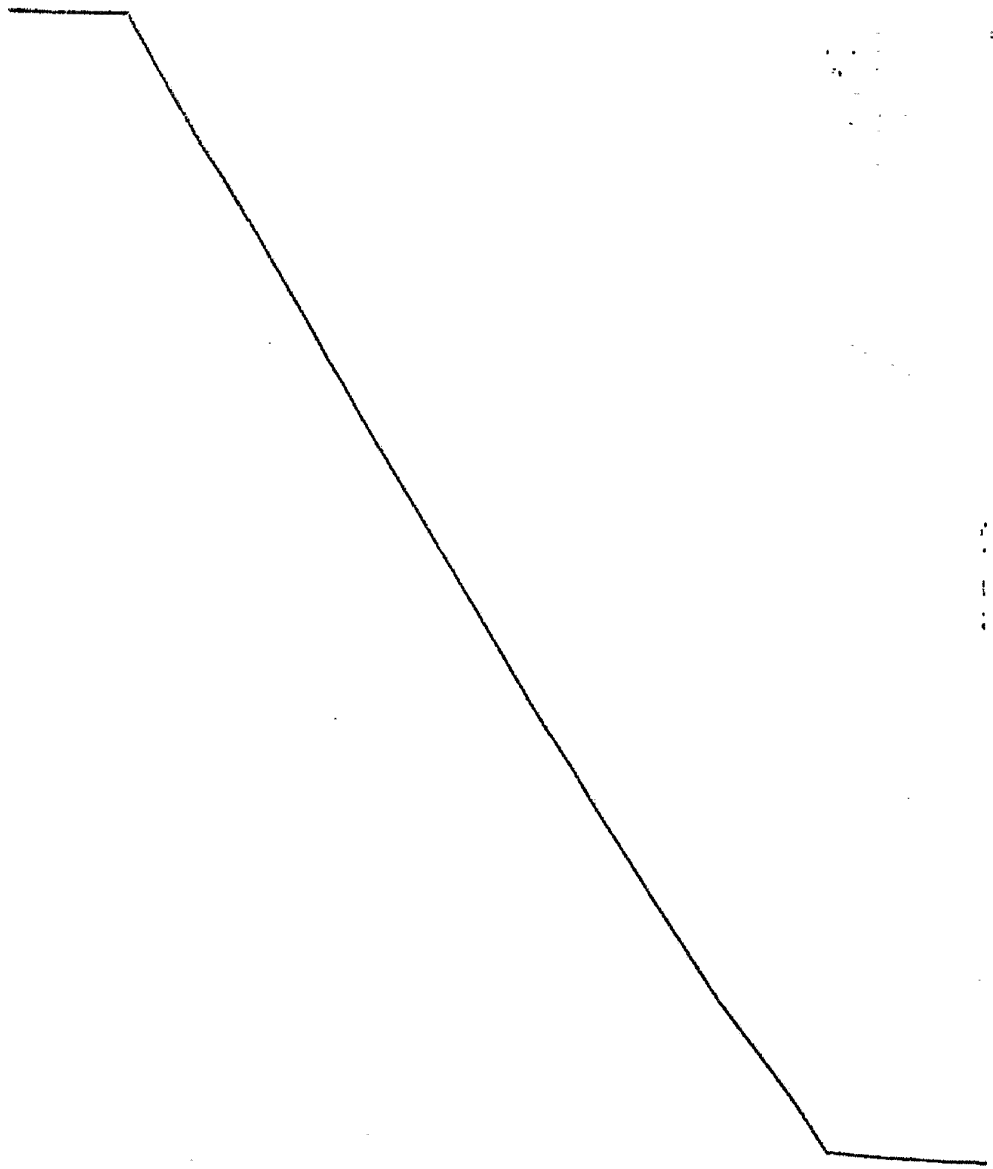
Se obtiene una tinción pardo oscura, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce, al agua y a la limpieza en seco.

20. Si se utiliza en lugar de la sal de colorante indicada en el Ejemplo anterior, la misma dosis de una de las sales de colorante relacionadas en la siguiente Tabla III,



376844

columna 2, y se procede por lo demás a como se indica anteriormente, se obtiene asimismo tinciones de color intenso sobre poliamida 6,6 en los tonos de color indicados en la Tabla.





5.
10.
15.
20.

Ejem- plo Nº	Sal de colorante	Tono de color se- bre polia- midas 6,6
21	<p>Chemical structure of a disulfonated azo dye. The dye consists of two benzene rings, each with an amino group (NH₂) and a carbonyl group (C=O). They are linked by an azo group (-N=N-). A diphenylmethane bridge (-CH₂-) connects the two rings. Sulfonate groups (-SO₃⁻) are attached to the rings. The counterion is a polyamine cation: $\left[\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{N}_2 \right]^+$.</p>	azul
22	<p>Chemical structure of a chromium complex dye. The central chromium atom (Cr) is coordinated to two bidentate ligands. Each ligand consists of a benzene ring with a nitro group (-NO₂) and an imine group (-N=N-C(=O)-). The imine groups are coordinated to the chromium atom. The counterion is a polyamine cation: $\left[\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{N}_2 \right]^+$.</p>	rojo
23	<p>Chemical structure of a chromium complex dye, similar to example 22. The central chromium atom (Cr) is coordinated to two bidentate ligands. Each ligand consists of a benzene ring with a nitro group (-NO₂) and an imine group (-N=N-C(=O)-). The imine groups are coordinated to the chromium atom. The counterion is a polyamine cation: $\left[\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{N}_2 \right]^+$.</p>	rojo
24	<p>Chemical structure of a disulfonated azo dye. The dye consists of two benzene rings, each with an amino group (NH₂) and a carbonyl group (C=O). They are linked by an azo group (-N=N-). A diphenylmethane bridge (-CH₂-) connects the two rings. Sulfonate groups (-SO₃⁻) are attached to the rings. The counterion is a polyamine cation: $\left[\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{N}_2 \right]^+$.</p>	azul

376844



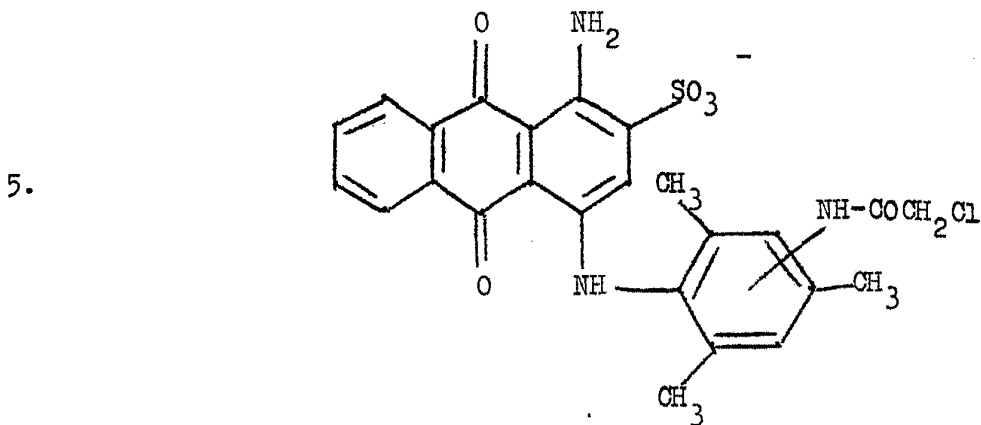
Ejemplo No	Sal de colorante	Tono de color sobre poliamidas 6,6
25		rojo
5.		amarillo rojizo
10.		id.
15.		gris
20.		gris
25.		

376844



EJEMPLO 30

Se disuelven de 40 a 50^g en 100 gramos de etanol, 6,0 gramos del colorante de la fórmula



10. y 4,0 gramos de $C_{18}H_{37}NH_2 \cdot HCl$. A continuación se deslie la solución obtenida mediante adición de 900 gramos de tricloroetileno y luego se clarifica. Con la solución de sal de colorante teñida de azul oscura, así elaborado se impregna un tejido de poliamida 6,6 o poliamida 6. Tras el exprimido de aproximadamente el 80% de absorción de baño calculada sobre el peso seco del género, se seca el tejido impregnado a 50^g en corriente de aire y a continuación se calienta a 200^g durante 60 segundos.
- 15.

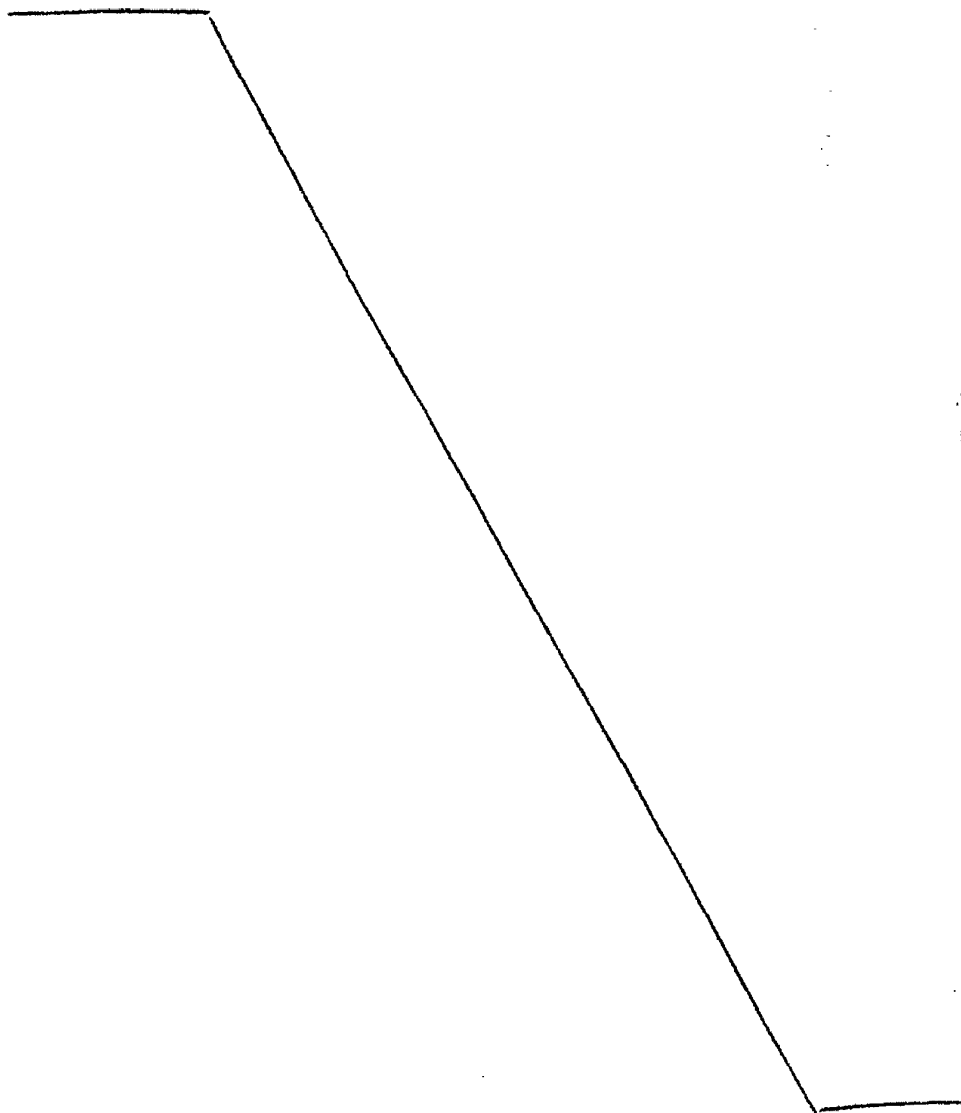
De esta forma se obtiene una tinción azul homogénea y bien desarrollada de muy buena solidez al roce, al sudor y a la limpieza en seco.

376844



Si se substituye en este Ejemplo, los 4,0 gramos de clorhidrato de octadecilamina por una dosis correspondiente de uno de los compuestos indicados en la siguiente Tabla IV en la columna 2, se obtienen asimismo tinciones azules homogéneas de propiedades de solidez igualmente buenas.

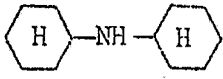
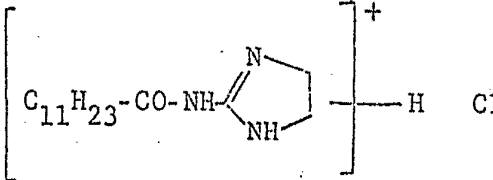
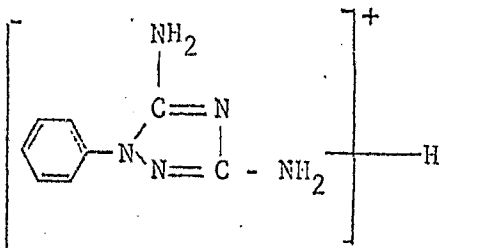
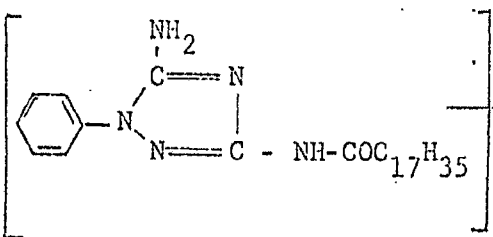
5.





376844

Tabla IV

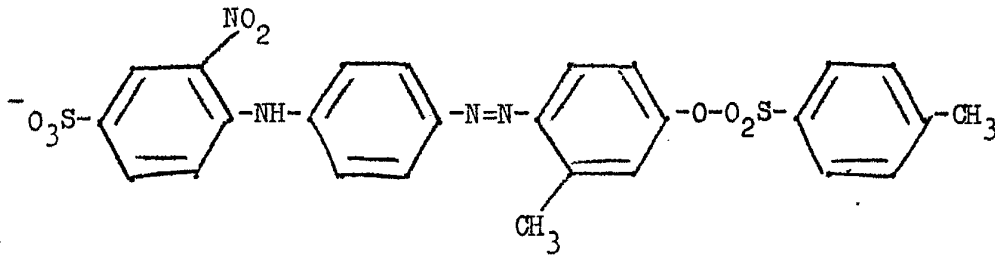
Ejem- plo Nº	Sales de compuestos de nitrógeno orgánicos
31	$C_{12}H_{25}NH_2 \cdot HCl$
5. 32	
10. 33	
15. 34	
20. 35	



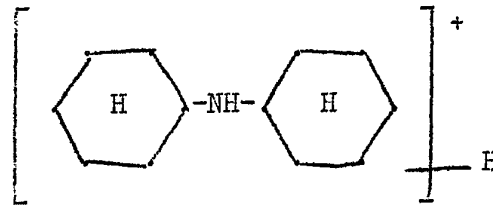
376844

EJEMPLO 36

Se disuelven 30 gramos de la sal de colorante de la fórmula



10.



en una mezcla de disolventes, que consta de 900 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol. Con esta solución

15.

se impregna un género de punto de poliamida 6 como se describe en el Ejemplo 1. Luego la tinción se termofija a 200° durante 90 segundos.

Se obtiene una tinción amarilla, de color intenso, homogénea y bien desarrollada sobre el material antes citado.

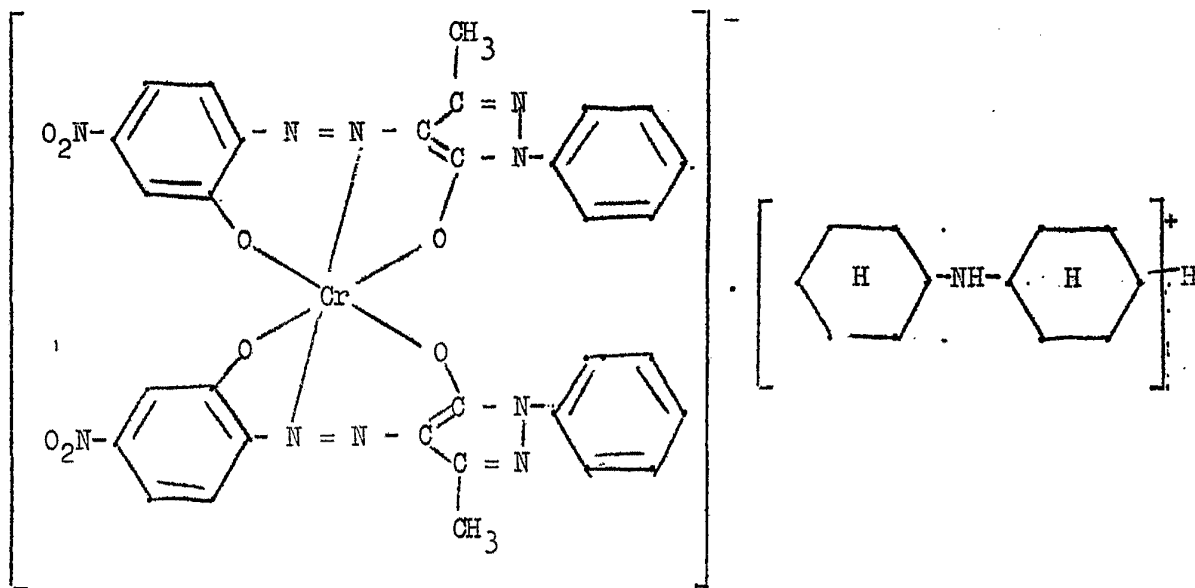


376844

Si se utiliza en lugar de la sal de colorante descrita, una dosis correspondiente de la sal sódica del colorante y se procede usualmente a como se indica en el Ejemplo, se obtiene una tinción esencialmente más débil.

5. EJEMPLO 37

Se disuelven 20 gramos de la sal de colorante de la fórmula



15. en una mezcla de disolventes, que consta de 930 gramos de tetracloroetileno y 50 gramos de dimetilacetamida. Con la solución de sal de colorante roja, clara así obtenida se impregna tejido de poliamida 6,6 a temperatura ambiente el tejido impregnado se exprime de una absorción de baño de aproximadamente 80%, calculado sobre el peso seco del



376844

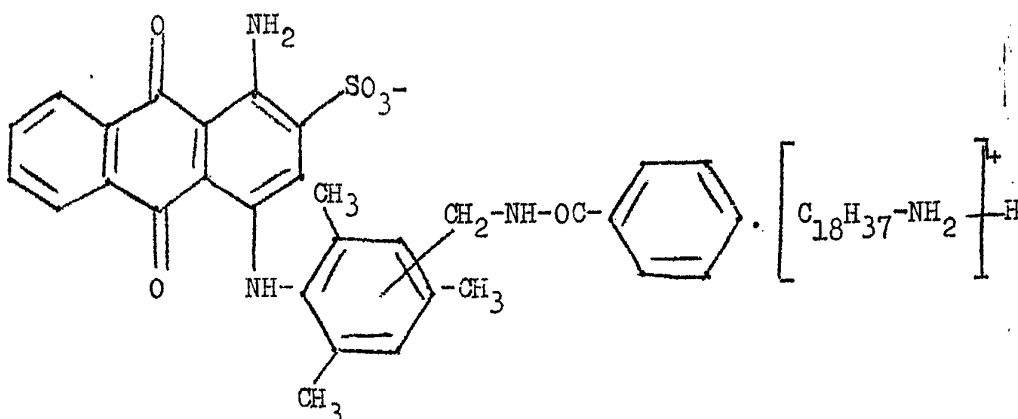
género y se seca a 40 a 80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego a 210° durante 90 segundos bajo acción de calor por contacto.

5. Se obtiene una tinción rojo azulada, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce, al agua y a la limpieza en seco.

EJEMPLO 38

Se disuelven 30 gramos de la sal de colorante de la fórmula

10.



15.

20. en una mezcla de disolventes, que consta de 940 gramos de tetracloroetileno y 30 gramos de dimetilacetamida. Con la solución de colorante azul, clara obtenida, se impregna tejido de poliamida 6,6 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime de una absorción de baño de aproximadamente 80%, calculada sobre el peso seco del género, y se seca de 40 a 80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego a 210° durante 90 segundos.

**POOR
QUALITY**



376844

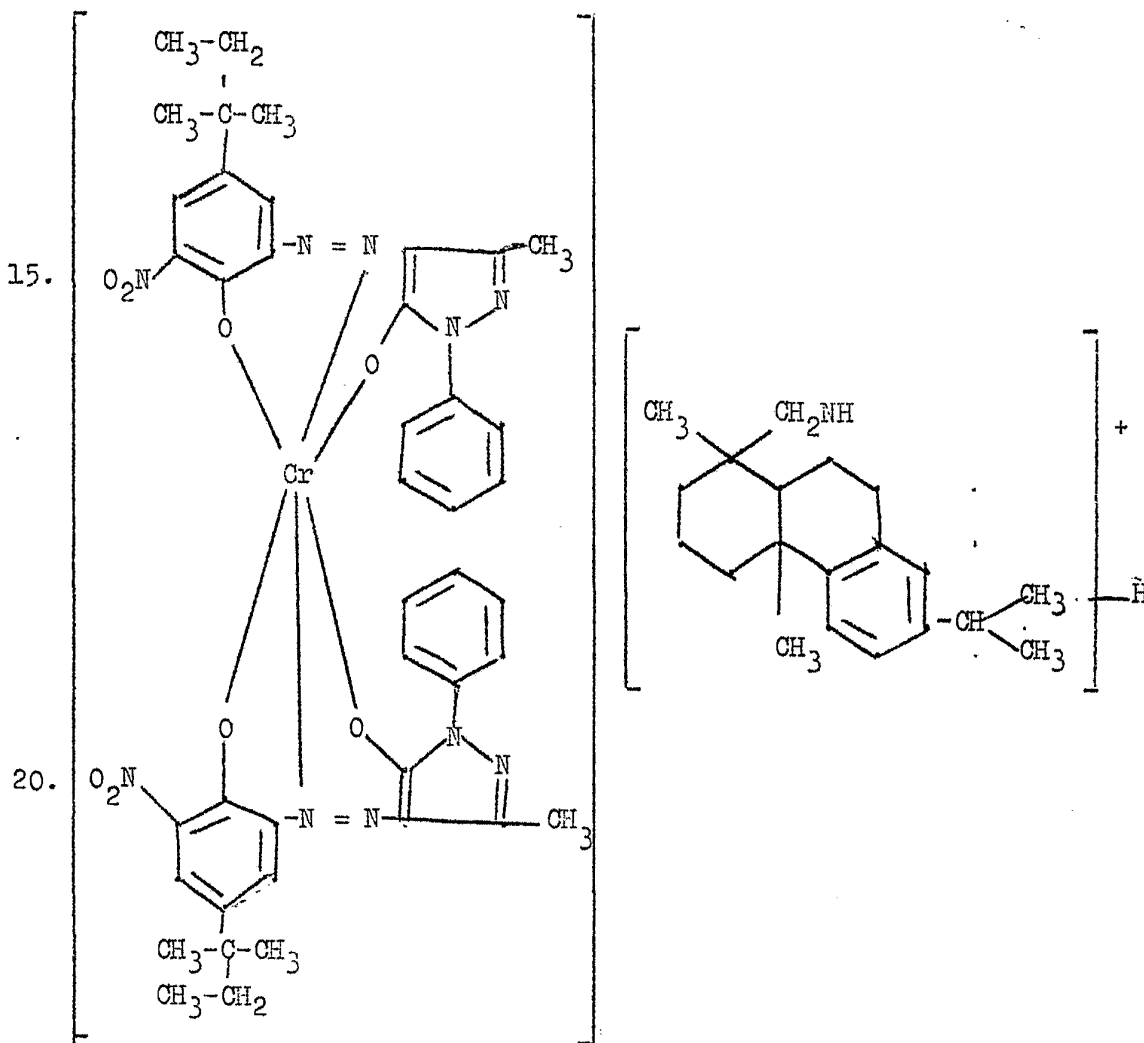
Se obtiene una tinción azul, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce, al agua y a la limpieza en seco. Si se utiliza en lugar de un tejido de poliamida 6,6, un tejido o género de punto de poliamida 6 y se procede usualmente a como se indica en este Ejemplo, se obtiene asimismo una tinción azul, de color intenso y bien desarrollada con buena solidez al roce.

5.

EJEMPLO 39

10.

Se disuelven 40 gramos de la sal de colorante de la fórmula



376844



en una mezcla de disolventes, que consta de 870 gramos de tricloroetileno y 90 gramos de metanol. Con esta solución se impregna un género de punto de poliamida 6, como se describe en el Ejemplo 1. Luego la tinción se termofija a

5. 200° durante 90 segundos.

Se obtiene una tinción roja, de color intenso, homogénea y bien desarrollada sobre el material previamente citado.

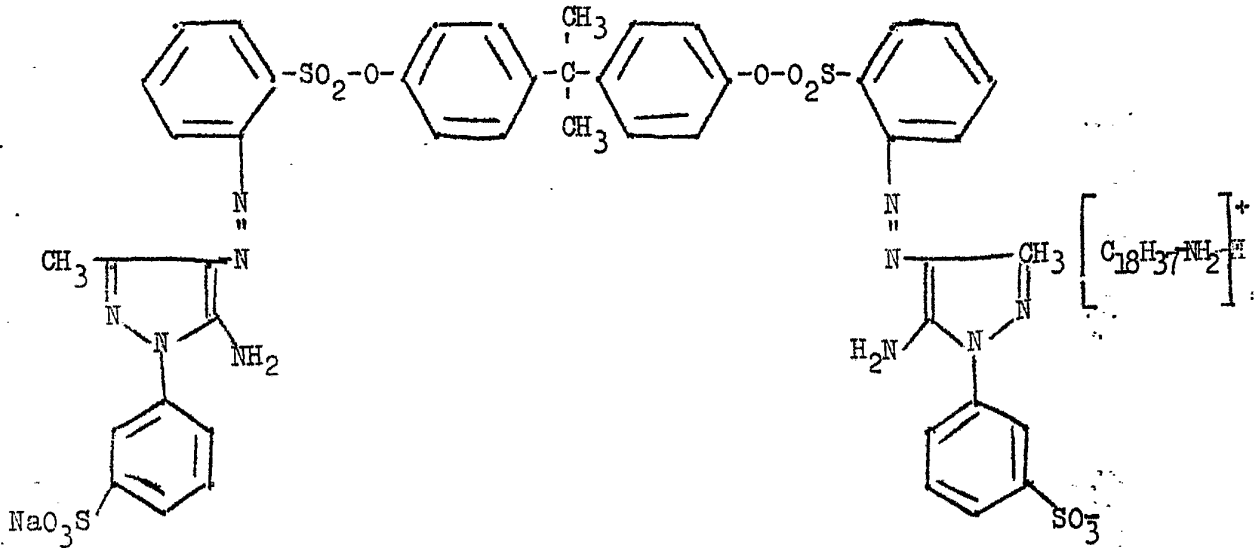
10. Si se utiliza en lugar de la sal de colorante descrita, una dosis correspondiente de la sal sódica del colorante y se procede usualmente a como se describe en el Ejemplo, se obtiene una tinción esencialmente más débil.

15. Si se utiliza en el ejemplo anterior en por lo demás igual forma de trabajo, en lugar de 40 gramos solo 20 gramos de la sal de colorante indicada y una mezcla de disolventes, que consta de 930 gramos de tetracloroetileno y 50 gramos de dimetilacetamida, se obtiene sobre género de punto de poliamida-6, una tinción roja con propiedades similares.

20. EJEMPLO 40

Se disuelve 30 gramos de la sal de colorante de la fórmula

376844



10. en una mezcla de disolventes, que consta de 900 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol. Con la solución de colorante amarillo, clara así obtenida, se impregna tejido de poliamida 6,6 a temperatura ambiente, se exprime el tejido impregnado de una absorción de baño de aproximadamente 80%, calculada sobre el peso seco del género,
15. y se seca de 40 a 80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego a 210° durante 90 segundos bajo acción de calor por contacto.

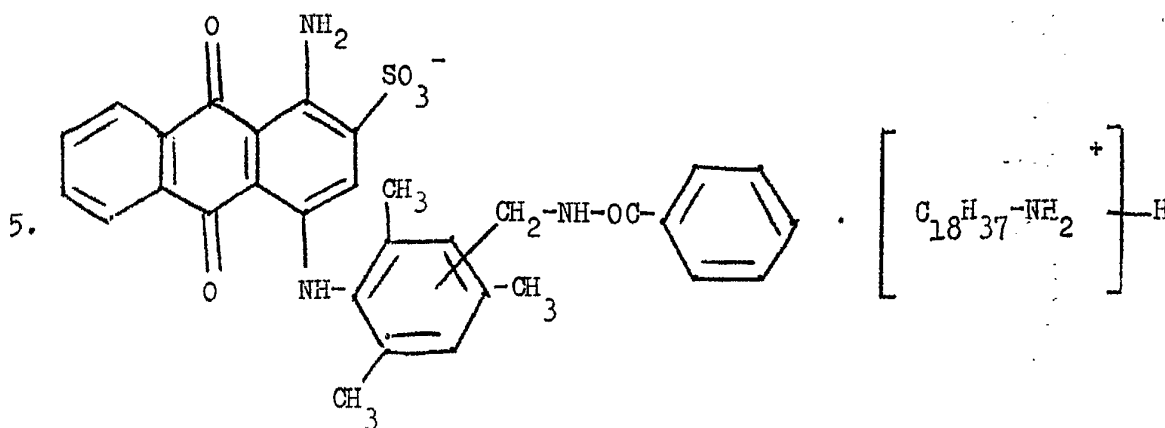
20. Se obtiene una tinción amarilla, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce, al lavado y a la limpieza en seco.



376844

EJEMPLO 41

Se disuelven 25 gramos de la sal de colorante de la fórmula



10. en una mezcla de disolventes, que consta de 905 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol. Con la solución de colorante azul, clara obtenida se impregna tejido de poliamida 6,6 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime de una absorción de baño de aproximadamente 80%, calculada sobre el peso seco del género y se seca de 40 a 80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego a 210° durante 90 segundos.

15.

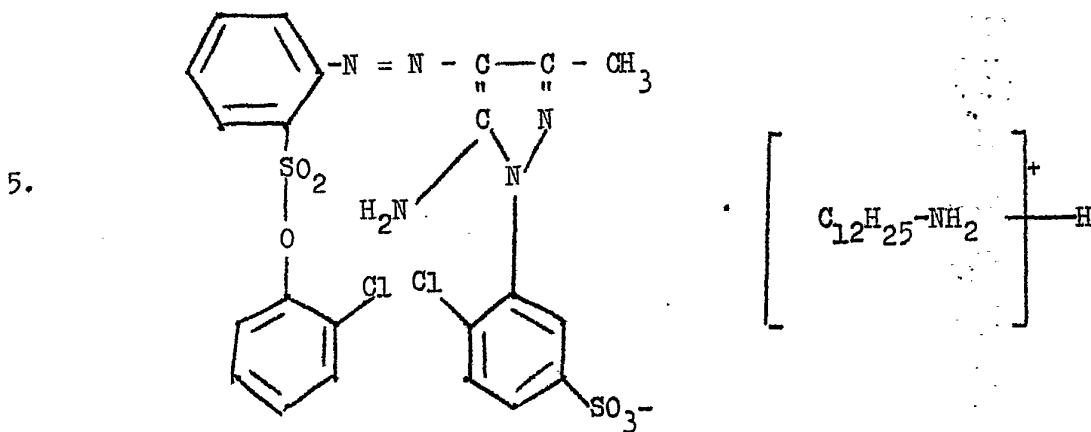
Se obtiene una tinción azul, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce, al agua y a la limpieza en seco.



376844

EJEMPLO 42

10 gramos de la sal de colorante de la fórmula



10. se disuelven en 990 gramos de tricloroetileno. Con la solución obtenida se impregna un tejido de poliamida 6. Tras el exprimido de una absorción de baño del 80%, el tejido impregnado se seca a 80° en corriente de aire caliente y a continuación se termofija durante 90 segundos a 200°. Se obtiene una tinción amarilla, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce.
- 15.

20. Si se utiliza en el ejemplo anterior, en lugar de la sal de colorante indicada, 10 gramos de cada una de las sales de colorante relacionadas en la siguiente Tabla V, se obtiene sobre tejido de poliamida-6 en usualmente igual forma de trabajo, asimismo tinciones de color intenso y homogéneas en los tonos de color indicados en la última columna de la Tabla.

376844



Tabla V

Ejem- plo Nº	Sal de colorante	Tono de color so- bre polia- mida 6.
5.	<p>43</p>	amarillo
44		id.
45		azul

40
376844



Ejemplo Nº	Sal de colorante	Tono de color sobre poli- amida 6.
5.	<p>46</p>	<p>azul</p>
10.	<p>47</p>	<p>amarillo</p>
20.	<p>48</p> <p>id.</p>	<p>id.</p>
25.		



376844

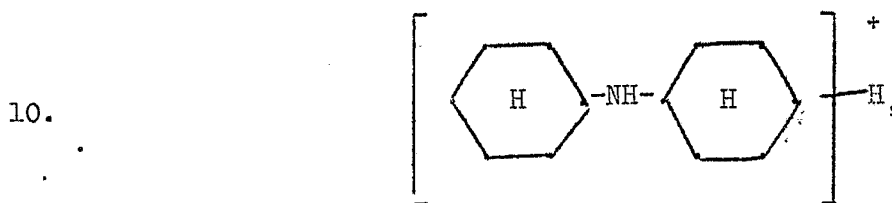
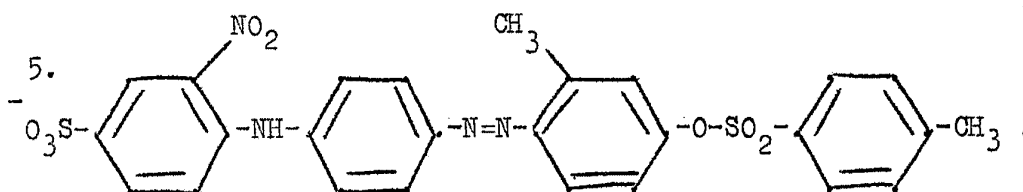
Ejem plo Nº	Sal de colorante	Tono de color so- bre po- liamida 6
5.		amari- llo
10.	id.	id.
15.	id.	id.
20.		azul



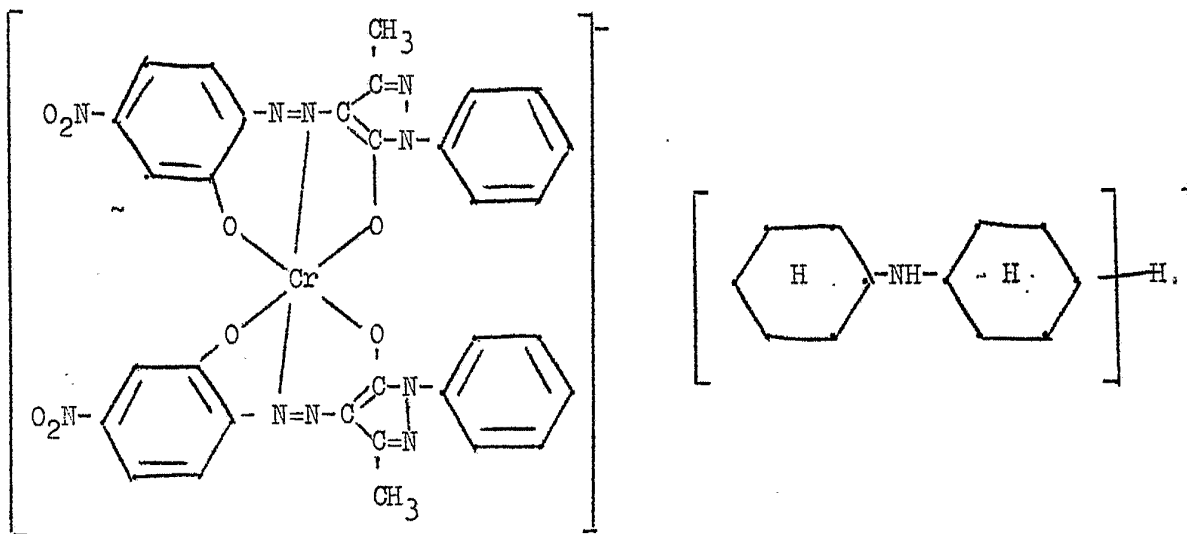
376844

EJEMPLO 53

En una mezcla de disolventes, que consta de 915 gramos de tricloroetileno y 70 gramos de metanol se disuelven 3,5 gramos de una sal de colorante de la fórmula



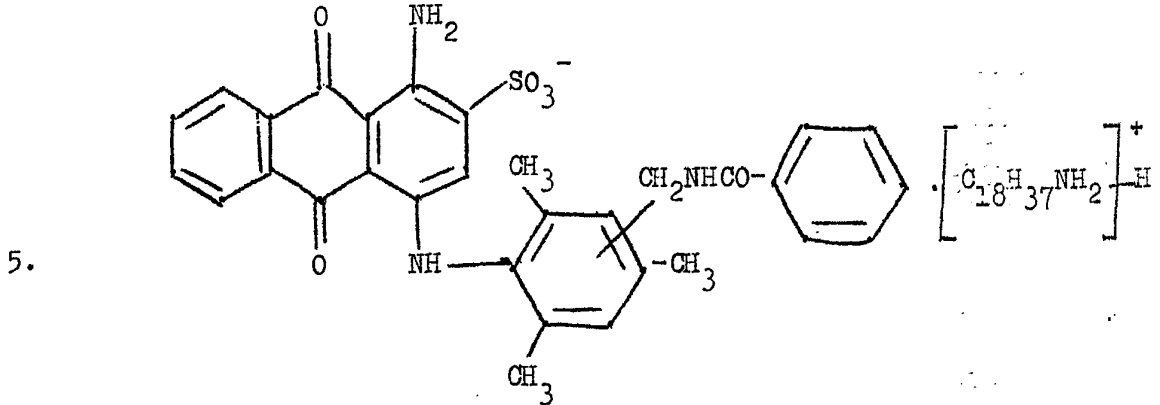
2 gramos de una sal de colorante de la fórmula





376844

así como 10 gramos de la sal de colorante de la fórmula



10. Con la solución de colorante clara, gris oscura, obtenida, se impregna tejido de poliamida 6,6 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime de una absorción de baño de aproximadamente el 70%, calculada sobre el peso seco del género y se seca de 40 a 80° en corriente de aire. La tinción se termofija luego durante 90 segundos a 210° mediante acción de calor por contacto.

15. Se obtiene una tinción gris, de color intenso, homogénea y bien desarrollada con buena solidez al roce, al agua y a la limpieza en seco. Si se utiliza en lugar de un tejido de poliamida 6,6, un tejido o género de punto de poliamida 6 y se procede usualmente a como se indica en el ejemplo, se obtiene asimismo una tinción gris, de color intenso y bien desarrollada con buena solidez al roce.

20.

376844



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 2600/69 del 25 de Febrero de 1969.

5. 1. Procedimiento para teñir y estampar continuamente material fibroso de poliamida sintética, caracterizado porque este material se impregna o estampa con la solución de por lo menos una sal de colorante, que consta del radical aniónico de un colorante aniónico y por lo menos un compuesto de nitrógeno orgánico no cuaternizado, que muestra por lo menos un átomo de nitrógeno apto para la formación de sal, en un disolvente o bien mezcla de disolventes que contiene eventualmente espesante, y que consta de hidrocarburo eventualmente halogenado que hierve entre 50 y 150°C
10. y eventualmente un disolvente líquido, soluble en agua,
15. orgánico que hierve por debajo de 220°C, se elimina una parte esencial del disolvente de exceso del material y la tinción o bien el estampado de color se fija mediante un termotratamiento por debajo del punto de reblandecimiento
20. a temperaturas por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso.

2. Procedimiento, según la reivindicación 1,

376844



caracterizado por la utilización de alquilaminas con un radical alquílico que muestra de 12 a 18 átomos de carbono.

3. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por la utilización de alquilguanidinas con un radical alquílico que muestra de 12 a 18 átomos de carbono.

4. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por la utilización de alquilamidinas con un radical alquílico que muestra de 12 a 18 átomos de carbono.

5. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por la utilización de alquilimidazolinas y tetrahidropirimidinas con un radical alquílico que muestra de 11 a 18 átomos de carbono.

6. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por la utilización de cicloalquilaminas o aralquilaminas, en especial díciclohexilamina o dibencilamina.

7. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por la utilización de hidrocarburos halogenados alifáticos inferiores, especialmente tricloroetileno.

8. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por la utilización de una mezcla de disolventes

376844



que consta de 50 a 99% en peso de hidrocarburo eventualmente halogenado que hierve entre 50 y 150°C y de 50 a 1% en peso de un disolvente orgánico, líquido, soluble en agua que hierve por debajo de 220°C.

5. 9. Procedimiento, según la reivindicación 8, caracterizado por la utilización de hidrocarburos halogenados alifáticos inferiores y disolventes orgánicos miscibles en agua en calidad de disolventes orgánicos líquidos, solubles en agua, que hierven por debajo de 220°C:
10. 10. Procedimiento, según la reivindicación 9, caracterizado por la utilización de una mezcla de disolventes, que consta de 80 a 99% en peso de hidrocarburo alifático inferior clorado que hierve entre 50 y 150°C y de 20 a 1% en peso de un disolvente orgánico, miscible en agua, que hierve por debajo de 220°C.
15. 11. Procedimiento, según la reivindicación 10, caracterizado por la utilización de una mezcla de disolventes, que consta de 90 a 99% en peso de tricloroetileno o percloroetileno y de 10 a 1% en peso de dimetilacetamida o metanol.
20. 12. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el material impregnado o estampado se somete a un termotratamiento seco posterior.



376844

13. Procedimiento para teñir y estampar continuamente material fibroso de poliamida sintética.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 47 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 24 de Febrero de 1970

p.a.

JAIMÉ ISERN
P. B.
firmado: JOSÉ RODRÍGUEZ