



Case 6690

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>D-06</u>
SUBCLASE <u>P</u>

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

377277

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR FIBRAS PROTEÍNICAS NATURALES"
a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en
BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para teñir fibras proteínicas naturales. El procedimiento se caracteriza por teñirse con colorantes monoazoicos o disazoicos fibrorreactivos, cromables, que en las posiciones orto a ambos lados de un puente azoico, a lo menos, llevan grupos capacitados para la formación de complejo y que contienen a lo menos un grupo de ácido sulfónico hidrosolubilizante, no capacitado para la formación de complejo, y a lo menos una agrupación acilamínica fibrorreactiva que se deriva de ácidos monocarboxílicos alifá-

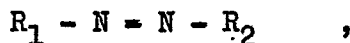
POOR
QUALITY

2:10:572 = 2 =



- ticos con 2 a 4 átomos de carbono o de heterociclos pentagonales a hexagonales, en presencia de derivados de éter poliglicólico de monodiaminas o diaminas, en los que un átomo de nitrógeno, ^alo menos, está substituido por un radical hidrocarburo
5. de 16 a 22 átomos de carbono, y de un agente donador de cromo, a temperaturas entre 80 y 110°C.

Los colorantes monoazoicos aptos para este procedimiento corresponden a la fórmula



10. en la que

R_1 significa un radical arílico que lleva en posición orto respecto al puente azoico un grupo capacitado para la formación de complejo; y

15. R_2 significa un radical de un componente de copulación que copula en posición vecina a un grupo hidroxílico, cetónico o amínico, eligiéndose los radicales R_1 y R_2 de modo que el colorante que se origina contenga a lo menos un grupo de
20. ácido sulfónico ácido, hidrosolubilizante, no capacitado para la formación de complejo y que contenga a lo menos una agrupación acilamínico fibrorreactiva.

Particularmente aptos son los colorantes de la fórmula

- 25.



377277

377277 =



377277

en la que

R'_1 es el radical de un componente diazoico de la serie bencénica o naftalínica, en particular un radical de carboxibenceno, hidroxibenceno o nafteno.

5.

Estos radicales pueden presentar los más

diversos substituyentes, como, por ejemplo, átomos de halógeno o grupos de amino, nitro, alquilo, alcoxilo o

acilo, lo mismo que grupos hidrosolubilizantes ácidos no

10. capacitads para la formación de complejo con el metal;

por ejemplo, grupos de carboxilo, ácido sulfónico, sulfamida, beta-sulfatoetilsulfona o beta-sulfatoetilsulfamida.

Los grupos amínicos citados se introducen en el radical R'_1 o bien se liberan (por ejemplo, mediante reducción de un grupo

15. nitro o mediante saponificación de un grupo acilamínico)

únicamente después de la formación del colorante.

El componente de copulación R'_2 es de preferencia un radical de fenol, nafteno, naftilamina o pirazona y contiene en esencia los mismos substituyentes

20. que R'_1 ; pero R'_2 contiene además en la mayoría de los

casos un grupo amínico acilable o ya acilado de la manera

que se ha indicado. De los substituyentes en R'_1 y R'_2 re-

sultan las agrupaciones siguientes, que están capacitadas para la formación del complejo de metal y colorante; grupos o, σ -dioxi-, o-oxi-o'-amino-u o-carboxi-o'-oxi-azoicos.

25.

377277

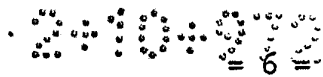


377277

Los colorantes para el procedimiento tintóreo aquí expuesto pueden obtenerse, por ejemplo, a partir de los componentes diazoicos y de copulación siguientes:

Componentes diazoicos:

5. 4- o 5-cloro-2-amino-1-oxibenceno,
4-, 5- o 6-nitro-2-amino-1-oxibenceno,
4,6-dicloro-2-amino-1-oxibenceno,
3,4,6-tricloro-2-amino-1-oxibenceno,
4-cloro-5- o -6-nitro-2-amino-1-oxibenceno,
10. 4-nitro-6-cloro-2-amino-1-oxibenceno,
6-nitro-4-metil-2-amino-1-oxibenceno,
4-nitro-6-acetilamino-2-amino-1-oxibenceno,
6-nitro-4-acetilamino-2-amino-1-oxibenceno,
4,6-dinitro-2-amino-1-oxibenceno,
15. 1-amino-2-oxinaftalina,
ácido 2-aminobenzoico,
ácido 4- o 5-nitro-2-aminobenzoico,
ácido 5-acetilaminobenzoico,
ácido 2-aminobencen-1-carboxílico-4- o -5-sulfónico,
20. ácido 2-amino-1-oxibencen-4- o -5-sulfónico,
ácido 4-cloro- o 4-metil-2-amino-1-oxibencen-5- o -6-sulfónico,
ácido 4-nitro-2-amino-1-oxibencen-6-sulfónico,
ácido 6-nitro-2-amino-1-oxibencen-4-sulfónico;
y sobre todo los compuestos naftalínicos, como
25. ácido 2-amino-1-oxinaftalin-4- o -8-sulfónico,



377277



un grupo de etilsulfona y, en particular, un grupo de fenil-sulfona, un grupo de p-metilsulfona, un grupo de p-clorofenil-sulfona o un grupo de beta-sulfatoetilsulfona.

Componentes de copulación

5. Oxibencenos, como
 - p-cresol o p-terciamilfenol,
 - 4-metil-2-acetilamino-1-oxibenceno,
 - 4-acetilamino-1-oxibenceno y
 - 4-(beta-cianoetil)-fenol;
10. ésteres o amidas de ácido beta-cetoxarboxílico, como
 - la anilida de ácido acetoacético,
 - el 1-acetoacetilamino-2-, -3- o -4-clorobenceno y
 - el 1-acetoacetilamino-4-acetilaminobenceno;pirazolonas, como
15. 1-fenil-3-metil-5-pirazolona,
 - 1,3-difenil-5-pirazolona,
 - 1-(2'-, 3'- o 4'-clorofenil)-3-metil-5-pirazolona,
 - 1-(2'-, 3'- o 4'-metilfenil)-3-metil-5-pirazolona,
 - 1-(2',5'-diclorofenil)-3-metil-5-pirazolona,
20. 1-(2'-etil- o 4'-etilfenil)-3-metil-5-pirazolona,,
 - 1-(naftil-(1')- o -(2'))-3-metil-5-pirazolona,
 - fenilamida de ácido 1-fenil-5-pirazolon-3-carboxílico
 - y
 - 1-n-octil-3-metil-5-pirazolona;
25. oxiquinolinas;

377277
= 7 =



377277

- ácido barbitúrico;
naftilaminas, como
6-bromo-, 6-metoxi- o 6-metil-2-aminonaftalina,
2-fenil-aminonaftalina,
5. la propia 2-aminonaftalina y
el ácido 2-amino-naftalin-1-sulfónico, copulable con
desdoblamiento del grupo SO_3H situado en la posi-
ción 1 y que, como se sabe, conduce a los mismos
colorantes que la 2-aminonaftalina; pero sobre
10. todo naftenos como la 6-bromo- o 6-metoxi-2-oxinaf-
talina y, en particular, la 1-acetilamino-7-oxinafta-
lina,
1-n-butiril-amino-7-oxinaftalina,
1-benzoilamino-7-oxinaftalina,
15. 1-carboetoxiamino-7-oxinaftalina,
8-cloro-1-oxinaftalina,
5-cloro-1-oxinaftalina,
5,8-dicloro-1-oxinaftalina,
4,8- o 5,8-dicloro-2-oxinaftalina,
20. 2-oxinaftalina y, eventualmente, 1-oxinaftalina,
ácido 1-fenil-3-metil-5-pirazolon-2'-, -3'- o -4'-
sulfónico,
ácido 2'-cloro-1-fenil-3-metil-5-pirazolon-4'- o
-5'-sulfónico,
25. ácido 2',5'-dicloro-1-fenil-3-metil-5-pirazolon-4'-
sulfónico,

377277



377277

- ácido 1-(naftil-(1'))-3-metil-5-pirazolon-4'-, -5'-, -6'-, -7'- o -8'-sulfónico,
ácido 1-(naftil-(2'))-3-metil-5-pirazolon-6'- o -8'-sulfónico,
5. ácido 1-acetoacetilaminobencen-4-sulfónico
y, sobre todo
ácido 2-amino- o 2-oxinaftalin-4-, -5-, -6- o -7-sulfónico,
ácido 1-oxinaftalin-4-, -5- o -8-sulfónico,
10. ácido 2-fenil-aminonaftalin-3'- o 4'-sulfónico,
amida de ácido 1-fenil-3-metil-5-pirazolon-3'-sulfónico,
amida de ácido 1-fenil-3-metil-5-pirazolon-3'-sulfónico,
beta-oxietilamida de ácido 1-fenil-3-metil-5-pirazolon-3'-sulfónico,
15. amidas del ácido 2-aminonaftalin-4-, -5- o -6-sulfónico, del ácido 1-oxinaftalin-4-, -5- o -8-sulfónico o del ácido 2-oxinaftalin-4-, -5-, -6- o -7-sulfónico;
20. además de los componentes de copulación provistos de grupos amínicos, como
1-(3'- o 4'-amino-fenil)-3-metil-5-pirazolona;
4-amino-1-acetoacetilaminobenceno
y en particular aminonaftenos como
25. ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6- o -4,6-disulfónico,

2.000.000 = 9 =

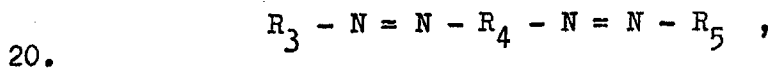


377277

- ácido 1-hidroxi-5-, -6- o -7-aminonaftalin-3-sulfónico,
ácido 1-amino-8-naften-4-sulfónico,
los ácidos H- y K-aminobenzoílicos;
5. y también componentes de copulación como, por ejemplo,
ácido 1-hidroxi-5-beta-cloropropionilaminonaftalin-3-sulfónico,
ácido 1-alfa,beta-dibromopropionilamino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico,
10. ácido 2-hidroxi-6-cloroacetilaminonaftalin-8-sulfónico
y
ácido 2-alfa,beta-dibromopropionilamino-6-hidroxi-naftalin-8-sulfónico.

- La formación del colorante a partir del
15. componente diazoico y el componente de copulación se efectúa por métodos conocidos de copulación azoica.

Los colorantes disazoicos apropiados corresponden a la fórmula general



en la que

R_3 , R_4 y R_5 significan un radical de carboxibenceno, fenol o nafteno,

y los radicales están elegidos de tal modo que el colorante que se origina contenga en las posiciones orto a ambos



377277

5. lados de un puente azoico, a lo menos, los grupos capacitados para la formación del complejo, un grupo, a lo menos, de carboxilo, ácido sulfónico, sulfamida, sulfatoetilsulfona o sulfatoetilsulfonamida, no capacitado para la formación de complejo, y a lo menos una agrupación de acilamino fibrorreactiva.

10. La preparación de estos colorantes disazoicos se efectúa copulando el componente diazoico R_3 con el componente de copulación R_4 y copulando a continuación el componente diazoico R_5 asimismo con R_4 . Otra posibilidad consiste en copular el componente diazoico R_3 con un componente de copulación R_4 que contenga un grupo amínico diazoable. El producto de copulación $R_3N=NR_4$ se convierte así en el nuevo componente diazoico, el cual se copula con el componente de copulación R_5 .

15. Como materiales de partida para la preparación de los colorantes disazoicos, pueden utilizarse los componentes diazoicos y de copulación que se han mencionado ya para la preparación de los colorantes monoazoicos.

20. La agrupación de acilamino fibrorreactiva puede obtenerse ya antes de la formación del colorante, por reacción de un reactivo acilante con el componente diazoico o de copulación que contiene un grupo amínico acilable; o bien puede introducirse después de la diazoción y la copulación, por medio de una reacción correspondiente, en la molécula de colorante originada. En calidad de
25. agentes acilantes fibrorreactivos apropiados entran en cuenta

2-10-972

= 11 =



377277

preferentemente los agentes de acilación alifáticos heterocíclicos, como, por ejemplo:

- cloruro o bromuro de ácido alfa,beta-dibromopropiónico,
- 5. cloruro de cloroacetilo,
- cloruro de ácido beta-cloropropiónico,
- cloruro de ácido alfa- o beta-bromoacrílico,
- cloruro de ácido acrílico,
- cloruro de ácido clorocrotónico y
- 10. cloruro de ácido propiónico;

y a título de agentes de acilación heterocíclicos, en particular las dihalogen-1,3,5-triacinas, que pueden contener en el heterociclo otro substituyente más, por ejemplo ligado mediante un átomo de oxígeno, de azufre o de nitrógeno. En ca-

- 15. lidad de compuestos alicíclicos cabe señalar los agentes de acilación que contienen un radical de tetrafluorociclobutano.

En los colorantes, acilados de la manera que se ha indicado, que presentan un radical de beta-cloropropionilo, alfa,beta-dicloropropionilo o dibromopropionilo, estos radicales

- 20. pueden ser convertidos por desdoblamiento de haluro de hidrógeno mediante agentes de reacción alcalina, en los respectivos radicales acílicos insaturados.

La conversión de los colorantes monoazoicos en sus complejos de cromo 1:2 se efectúa preferentemente

- 25. sobre el material que se tiñe, por obra del agente donador



377277

- de cromo que está presente al mismo tiempo. Agentes donadores de cromo apropiados son, entre otros, el fluoruro de cromo, el sulfato de cromo, el formiato de cromo, el acetato de cromo, el sulfato de cromo y potasio, el sulfocianuro de cromo y potasio.
5. y los cromatos o bicromatos, estos últimos eventualmente en mezcla con otras sales, como, por ejemplo, el sulfato amónico.

- Para impedir la precipitación en el baño tintóreo de sales de cromo difícilmente solubles, pueden añadirse formadores de complejo coadyuvantes de la solubilidad, como vino, ácido cítrico, ácido salicílico o ácido láctico.
- 10.

- La cantidad de agente donador de cromo se elige de modo que exista a lo menos 1 átomo de metal para 2 moléculas de colorante monoazoico. Pero se emplea con ventaja un exceso de metal, y en este caso pueden existir relaciones de 6 a 20 átomos de metal por 2 moléculas de colorante. De acuerdo con el invento, el colorante y el agente donador de cromo pueden también añadirse en forma de preparado listo al baño tintóreo. El preparado se hace moliendo conjuntamente el colorante, el agente donador de cromo y un agente de ajuste neutro, como cloruro sódico, sulfato sódico, fosfatos alcalinos primarios o secundarios (por ejemplo, los respectivos fosfatos sódicos), dextrina o sacarosa. El preparado resultante tiene buena estabilidad y se añade directamente al baño tintóreo.
- 15.
- 20.

25. En calidad de agentes igualadores pueden utilizarse

377277

= 13 =



377277

- en el procedimiento de este invento compuestos nitrogenados, tanto no iónicos como iónicos, es decir, aniónicos y catiónicos. Se emplean con ventaja los derivados de éter poliglicólicos de monoaminas o diaminas de cadena larga, en los que un átomo de nitrógeno a lo menos está substituído con el radical hidrocarburo de un ácido graso de cadena larga; estos aductos pueden además estar también cuaternizados en un átomo de nitrógeno o esterificados con un ácido polibásico al final de una cadena poliglicólica, o bien tanto cuaternizados como esterificados.
- 5.
- 10.

- En calidad de materias de partida se utilizan alquilaminas de peso molecular alto y homogéneas, o también mezclas de aminas, como las que se obtienen al transformar mezclas naturales de ácidos grasos (por ejemplo, ácido graso de sebo) en las respectivas aminas. Son aptas las aminas con 16 a 22 átomos de carbono a las que están adicionadas a lo menos 5 a 10 moles, y a lo sumo 60 a 70 moles, de óxido de etileno. A título de aminas cabe señalar en detalle las siguientes:
- 15.

- la hexadecilamina,
- 20.
- la octadecilamina,
- la ara-quidilamina $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{19}\text{NH}_2$
- la behenilamina $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{21}\text{NH}_2$,
- la octadecenilamina y

- las N-alkilpropilendiaminas con los respectivos radicales hidrocarburos.
- 25.

2+10+972

= 14 =

377277



Tanto la cuaternización como la esterificación de los derivados de éter poliglicólico se efectúan ventajoso por métodos conocidos, sin que sea necesaria ninguna segregación intermedia.

5. Para la cuaternización puede recurrirse a los agentes usuales de alquilación o aralquilación, como sulfato de metilo, bromuro de etilo o cloruro de bencilo; pero se prefieren como agentes de cuaternización la cloroacetamida o la etilendihidrina.

- En calidad de oxiácidos polibásicos para la formación
10. de los ésteres ácidos pueden servir los ácidos policarboxílicos orgánicos (como, por ejemplo, el ácido maleico) o los oxiácidos inorgánicos polibásicos (como el ácido fosfórico o el ácido sulfúrico). En lugar de los ácidos pueden emplearse sus derivados funcionales, como anhídridos de ácido, haluros de ácido, ésteres de ácido o amidas de ácido, Según una modalidad preferida
15. de realización, los ésteres ácidos de ácido sulfúrico se preparan directamente en forma de sus sales amónicas calentando las materias de partida en presencia de urea con ácido amidosulfónico.
- Tanto la cuaternización como la esterificación parcial se rea-
20. lizan convenientemente por simple mezcla de los componentes de la reacción, con calentamiento, de conveniencia a temperatura entre 50 y 100°C.

- Como ejemplos igualadores particularmente ventajosos cabe señalar: el producto de adición de oleilamina y 8 moles
25. de óxido de etileno y la mezcla de



377277

5. a) un aducto de 1 mol de amina grasa de sebo constituida por 30 % de hexadecilamina, 25 % de octadecilamina y 45 % de octadecenilamina) y 7 moles de óxido de etileno, cuaternizado con cloroacetamida, y
- b) la sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del mismo aducto no cuaternizado,
- así como también los componentes individuales a) y b) de dicha mezcla.
10. La cantidad de agente igualador en los baños tintóreos importa alrededor de 0,5 a 2% del peso de fibra, según la cantidad de colorante que se emplea.
- Otros aditamentos que puede contener el baño tintoreo son, por ejemplo, espesantes, sales y ácidos. Los
15. espesantes deben ser estables en medio ácido y no ser destruídos además por la presencia de un agente donador de metal. Espesantes de esta índole son, por ejemplo, la goma británica o también los ácidos carabínicos eterificados. En calidad de sales se emplean convenientemente el sulfato sódico, el sulfato amónico o el cloruro sódico; y en calidad de ácidos,
20. los ácidos monocarboxílicos o dicarboxílicos alifáticos que presentan en la cadena alifática, además del átomo de carbono carboxílico, 4 átomos de carbono a lo sumo. De importancia práctica son, no obstante, únicamente los ácidos monocarboxílicos
25. alifáticos, como el ácido fórmico o el ácido acético.

377277



La cantidad de ácido en el baño tintóreo importa, según la naturaleza y la cantidad del colorante, de 2 a 8 % del peso de la fibra.

- Por el procedimiento aquí expuesto pueden teñirse
5. fibras nitrogenadas naturales. Cabe señalar la seda y, sobre todo la lana. El estado de elaboración del material fibroso puede ser el que se quiera. Se logran resultados muy buenos tiñendo lana sin tejer, como lana suelta, peinado o hilo; pero también se tiñe con buenos resultados el tejido de dichos
 10. materiales de fibra.

- Según el invento, se tiñe con estos colorantes por el procedimiento de extracción, en preparaciones acuosas acidificadas. Las temperaturas de tinción se hallan aproximadamente entre 80 y 110°C. El proceso tintóreo se lleva a cabo preferentemente tratando en primer lugar el material que se tiñe, por algún tiempo, con una preparación tintórea que contenga el colorante, el agente donador de cromo y los agentes auxiliares, a temperaturas por debajo del punto de ebullición del baño tintóreo, y calentando luego éste
- 15.
 20. a la temperatura de ebullición o a temperaturas superiores al punto de ebullición (en este último caso, se actúa en recipientes de presión).

- Después de teñir, se enjuaga en caliente y en frío el género teñido o, en el caso de que lo exiga la finalidad
25. de empleo del material teñido, se le enjabona en presencia



377277

de dispersante y/o humectante no ionógeno, así como solución amoniacal diluída y eventualmente se eliminan las porciones de colorante no suficientemente fijadas.

5. Se obtienen tinturas de excelente solidez a la humedad y a la luz. Por el procedimiento aquí expuesto, puede lograrse cualquier matiz tintóreo, pero sobre todo se logran tonos oscuros, como azul marino o negro.

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

EJEMPLO 1

15. Se humectan en 3000 litros de agua a 50°C 100 kg de hilo de lana. Luego, para preparar el baño tintóreo, se hacen las adiciones siguientes:
- 4000 g de ácido acético al 80 %
 - 1000 g de ácido fórmico al 85 %
 - 2000 g de una mezcla de
20. a) un aducto de 1 mol de amina grasa de sebo y 7 moles de óxido de etileno, cuaternizado con cloroacetamida, y
- b) la sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del mismo aducto no cuaternizado, y

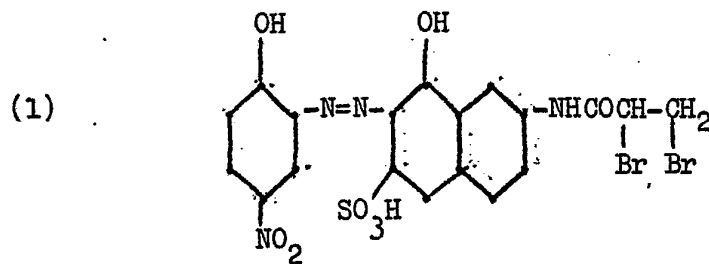


16
377277

4000 g de una mezcla de 50% de cromato potásico y 50% de sulfato amónico.

Después de la distribución homogénea de los productos químicos, se añaden al baño, en forma disuelta:

5. 6000 g del colorante de la fórmula



Se calienta el baño tintóreo en 30 minutos a 80°C, y se le deja a esta temperatura por 20 a 30 minutos.

15. Durante este tiempo manteniendo la temperatura constante, el colorante prende a la lana prácticamente por completo. El pH del baño tintóreo se halla entre 4,5 y 4,1. A continuación se calienta en 10 minutos hasta ebullición y se hierve durante 60 a 90 minutos. Se vuelve luego a enfriar el baño hasta 80°C y se le ajusta a pH 8,5 por adición de amoníaco. Con este aumento del pH se desprende de la lana
20. la pequeña porción de colorante no fijado. Después de 20 minutos en este baño, se efectua como tratamiento ulterior del género tintóreo un enjuague a fondo, en el que eventualmente se acidifica con 1000 g de ácido fórmico. Luego se centrifuga el material y se le seca.



377277

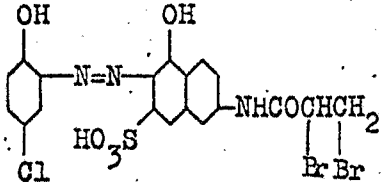
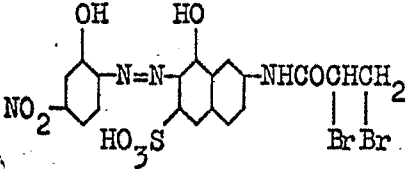
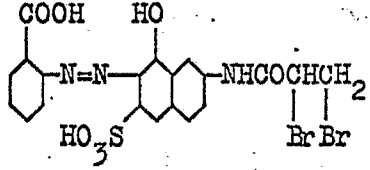
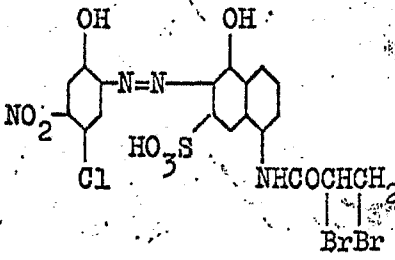
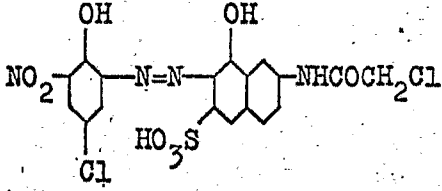
Resulta una tintura negra de la lana, igual y muy sólida.

EJEMPLO 2

5. Se muelen conjuntamente con 45 partes de bicromato potásico y 15 partes de dextrina 69,8 partes del colorante (2), asequible por copulación de ácido 2-alfa, beta-dibromopropionilamino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico con ácido 1-oxi-2-amino-6-nitrobenzen-4-sulfónico, diazoado, en medio ligeramente alcalino.
10. Con el preparado estable de colorante que se obtiene, se tiñe lana, por el procedimiento tintóreo que se ha descrito en el Ejemplo 1, con matices negros plenos y sólidos.
15. Se obtienen preparaciones de colorante semejantes, si, en lugar de cromato potásico, se emplean proporciones respectivas de sales de cromo trivalente, como por ejemplo el formiato, el acetato, el sulfato o el fluoruro.
20. En vez del colorante mencionado, pueden también utilizarse con resultados igualmente buenos los colorantes siguientes:

377277



Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de lana
5.		cromato potásico	morado
10.		bicromato potásico	negro azulado
15.		cromato potásico	burdeos
20.		acetato crómico	negro
20.		bicromato potásico	id.

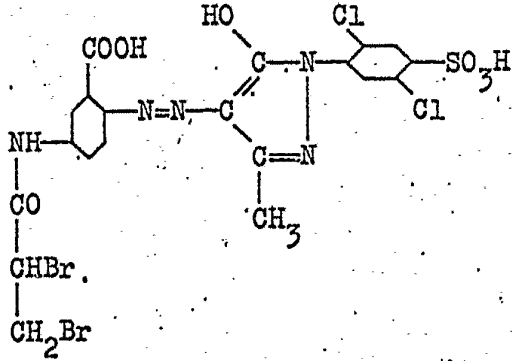
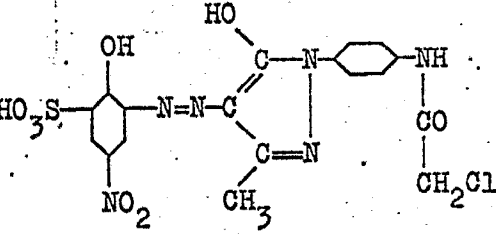
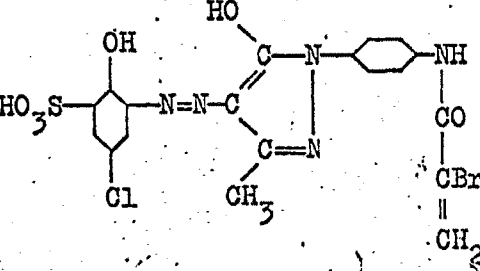
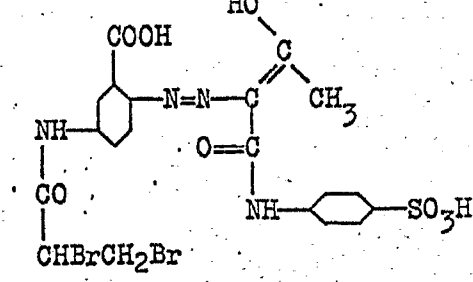


377277

Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de lana
5. 8		bicromato potásico	negro
10. 9		cromato potásico	azul marino
15. 10		acetato crómico	azul
20. 11		bicromato potásico	azul grisáceo
25. 12		id.	oliváceo



377277

Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de lana
5. 13		acetato crómico	amarillo
10. 14		cromato potásico	anaranjado
15. 15		cromato potásico	rojo
20. 16		acetato cromico	amarillo

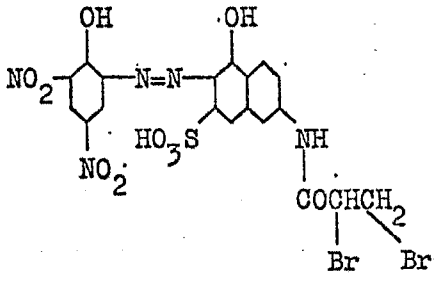
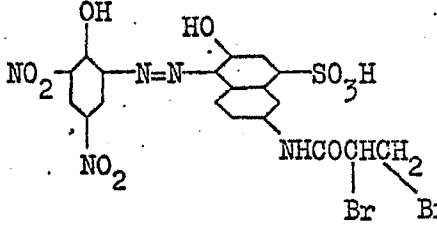
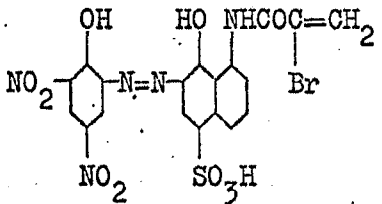
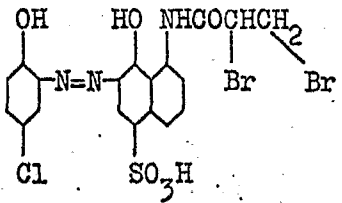


377277

Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de lana
5. 17		bicromato potásico	verde gris
10. 18		id.	negro verdoso
15. 19		cromato potásico	morado
20.			



377277

Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de algodón
5. 20		<p>bicromato potasico</p>	<p>negro</p>
10. 21		<p>id.</p>	<p>id.</p>
15. 22		<p>acetato crómico</p>	<p>negro azulado</p>
20. 23		<p>cromato potásico</p>	<p>morado</p>

377277



Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de algodón
5. 24		cromato potásico	azul obscuro
10. 25		id.	azul marino
15. 26		bicromato potásico	negro
20. 27		id.	id.

377277

= 26 =

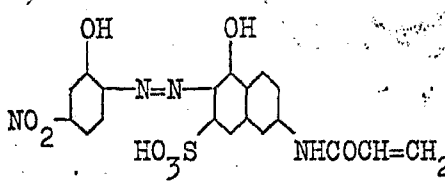
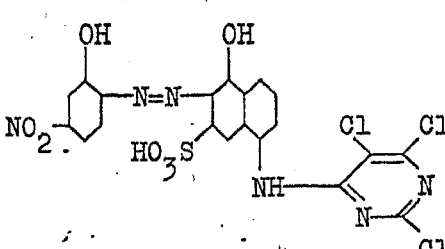
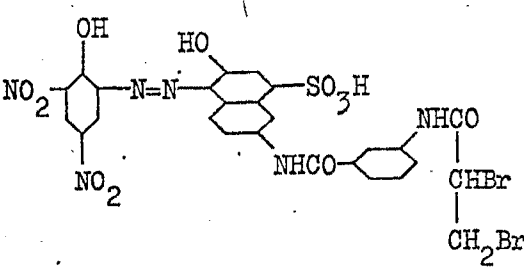
377277



Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de algodón
5. 28		bicromato potásico	negro azulado
10. 29		id.	negro morado
15. 30		id.	azul marino
20. 31		tartrato de cromo y potasio	morado

377277



Nº	Colorante sin metal	Agente donador de metal	Matiz sobre tejido de algodón
5. 32		cromato potásico	gris azulado
10. 33		id.	id.
15. 34		bicromato potásico	negro



377277

EJEMPLO 3

- Se disuelven en 4000 partes de agua a 50°C, consecutivamente, 4 partes de ácido acético al 80 % y 2 partes de la sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del aducto de una amina grasa (constituida por 30% de hexadecilamina, 25 % de octadecilamina y 45 % de octadecenilamina) y 7 moles de óxido de etileno, más 2,5 partes de bicromato potásico. Después de agregar una solución de 5 partes del colorante nº 8 de la tabla,
5. se introducen en el baño tintóreo 100 partes de hilo de lana previamente humectado. Se calienta el baño tintóreo en el curso de 20 minutos a 80°C y se le deja a esta temperatura por 20 a 30 minutos. En estas condiciones, el colorante prende por completo al substrato. A continuación se calienta en 10 minutos hasta ebullición y se deja a esta temperatura por 60 minutos más. Después de enfriar hasta 80°C, se enjuaga a fondo el hilo, teñido de negro profundo, se le centrifuga y se le seca. Las propiedades de solidez de la tintura son tan buenas como si se le hubiese tratado ulteriormente con amoníaco en el Ejemplo 1.
- 10.
- 15.
- 20.

Se consiguen tinturas de la misma calidad si, en lugar del agente igualador que se ha descrito, se emplean 2 partes del aducto de amina grasa de sebo y 30 moles de etileno.



377277

EJEMPLO 4

5. En un baño tintóreo preparado como en el Ejemplo 3, pero con empleo del colorante nº 27 de la tabla, se introducen a 50°C 100 partes de tejido de lana previamente humectado. Se calienta el baño en el curso de 30 minutos hasta 80°C y se le deja por 90 minutos más a temperatura de 80 a 85°C. El colorante prende por completo.

10. Añadiendo solución amoniacal concentrada, se eleva el pH del baño tintóreo de 4,5 a 8,5 y se sigue tratando el género a 80°C por 20 minutos. Después de enjuague a fondo y eventual acidificación, se centrifuga y se seca.

El tejido, teñido de negro profundo, presenta buenas propiedades de solidez.

15. EJEMPLO 5

20. En un aparato para estampación se prepara un baño tintóreo de 1000 partes de agua a 50°C, 3 partes de ácido acético al 80%, 1 parte del aducto de amina grasa de sebo y 7 moles de óxido de etileno, cuaternizado con cloroacetamida y esterificado con ácido amidosulfónico/urea, lo que hace que se origine la sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del aducto cuaternizado, y 5 partes del preparado colorante que se ha descrito en el Ejemplo 2



377277

- (colorante nº 2). Después de introducir 100 partes del tejido de lana, se cierra el aparato a la presión para estampar, se aumenta la temperatura en el curso de 30 minutos de 50° a 106° C y se le deja por 30 minutos a esta temperatura.
5. Después de enfriar hasta 80°C, se afloja la presión, se ajusta el baño tintóreo a pH 8,5 con solución amoniaca y se le mantiene por 20 minutos más a 80°C. A continuación se acaba la tintura igual que se ha descrito antes. Se obtiene un tejido teñido uniformemente de gris azulado,
10. con muy buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 6

- En 4000 partes de agua a 50°C se disuelven 4 partes de ácido acético al 80%, 2 partes del aducto de amina grasa de sebo y 70 moles de óxido de etileno
15. y 2 partes de bicromato potásico. Después de añadir 4 partes del colorante nº 32 de la tabla, se introducen en el baño tintóreo 100 partes de hilo de seda natural previamente humectado y sin carga. Se calienta el baño tintóreo en 30 minutos hasta 80°C y se le deja a esta temperatura por 90 minutos más. A continuación se enjuaga bien
20. el género teñido, se le centrifuga y se le seca. Queda teñido de un matiz negro azulado profundo, muy sólido.



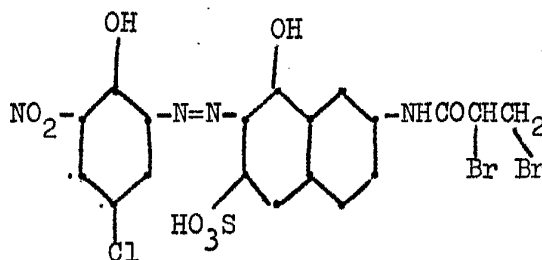
377277

EJEMPLO 7

Se muelen conjuntamente 62,5 partes del colorante de la constitución

(35)

5.



10. 46 partes de bicromato potásico, 5 partes de fosfato sódico primario y 10 partes de fosfato sódico secundario.

Con el preparado colorante obtenido se tiñe hilo de lana por el procedimiento siguiente:

- Se distribuyen en 4000 partes de agua a 50°C 20 partes de ácido acético al 80%, 2 partes del agente igualador que se ha descrito en el Ejemplo 1 y 8 partes del preparado anterior. Después de introducir 100 partes de hilo de lana previamente humectado, se calienta el baño tintóreo en el curso de 20 minutos a 80°C y se le deja a esta temperatura por 20 minutos más. El colorante prende por

377277

= 32 =



377277

completo al género que se tiñe. Se calienta entonces en 10 minutos hasta ebullición y se hierve por 60 minutos todavía. A continuación se acaba la tintura como en el Ejemplo 1. El hilo de lana queda teñido con un matiz negro morado, muy sólido.

5.



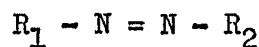
377277

REIVINDICACIONES

Se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 3548/69 del 10.3.69 y 1097/70 del 27.1.70.

5. 1. Procedimiento para teñir fibras proteínicas naturales, caracterizado por teñirse con colorantes monoazoicos o disazoicos fibrorreactivos, cromables, que en las posiciones orto a ambos lados de un puente azoico, a lo menos, llevan grupos capacitados para la formación de complejo y que contienen a lo menos un grupo de ácido sulfónico hidrosolubilizante, no capacitado para la formación de complejo, y a lo menos una agrupación acilamínica fibrorreactiva que se deriva de ácidos monocarboxílicos alifáticos con 2 a 4 átomos de carbono o de heterociclos pentagonales a 10. 15. hexagonales, en presencia de derivados de éter poliglicólico de monodiaminas o diaminas, en los que un átomo de nitrógeno, a lo menos, está substituido con un radical hidrocarburo de 16 a 22 átomos de carbono, y de un agente donador de cromo, a temperaturas entre 80 y 110°C.

20. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse colorantes monoazoicos de la fórmula





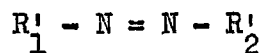
377277

en la que

5. R_1 significa un radical arílico que lleva en posición orto respecto al puente azoico un grupo capacitado para la formación de complejo; y

10. R_2 significa el radical de un componente de copulación que copula en posición vecina a un grupo hidroxílico, cetónico o amínico, eligiéndose los radicales R_1 y R_2 de modo que el colorante que se origina contenga a los menos un grupo de ácido sulfónico hidrosolubilizante, no capacitado para la formación de complejo y que contenga a lo menos una agrupación acilamínica fibrorreactiva.

15. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse colorantes monoazoicos de la fórmula



20. en la que

R'_1 significa un radical carboxibencénico, fenólico o nafténico y

R'_2 significa un radical fenólico, nafténico o pirazolónico,

25. y los radicales R'_1 y R'_2 se eligen de modo que el colorante que se origina contenga a lo menos un grupo de carboxilo, ácido sulfónico sulfamida, sulfatoetilsulfona o sulfatoe-

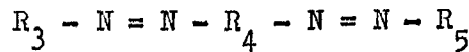


377277

tilsulfonylamida, que no esté capacitado para la formación de complejo, y a lo menos una agrupación acilamínica fibrorreactiva.

- 4. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse colorantes monoazoicos en los que el componente de copulación R₂ contiene una agrupación acilamínica fibrorreactiva.

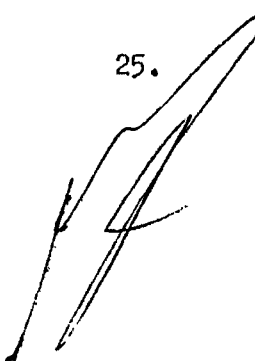
- 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse colorantes disazoicos de la fórmula



en la que los radicales

- 15. R₃, R₄ y R₅ significa un radical carboxibencénico, un radical fenólico o un radical nafténico, y los radicales se eligen de modo que el colorante que se origina contenga, en las posiciones orto a ambos lados de un puente azoico a lo menos, los grupos capacitados para la formación de complejo, un grupo a lo menos de carboxilo, ácido sulfónico, sulfamida, sulfatoetilsulfona o sulfatoetilsulfonamida no capacitado para la formación de complejo y a lo menos una agrupación acilamínica fibrorreactiva.

- 20. 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por emplearse colorantes que contienen, como agrupación fibrorreactiva, a lo menos una agrupación





de cloroacetilamino, 2-bromoacrilamino, 2,3-dibromopropionilamino o clorotriacilamino.

7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en concepto de agente igualador, derivados de éter poliglicólico de aminas de ácido graso con 16 a 22 átomos de carbono que contienen en la molécula de 5 a 70 grupos $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$.
5. 8. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en concepto de agente igualador, una mezcla de derivados de éter poliglicólico de aminas de ácido graso con 16 a 22 átomos de carbono que contienen en la molécula de 5 a 10 grupos $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$, en la que una parte de los derivados de éter poliglicólico nitrogenados está cuaternizada en el átomo de aminonitrógeno y la otra parte está esterificada con un ácido polibásico al final de la cadena poliglicólica.
10. 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por emplearse agentes de cuaternización clorados.
15. 10. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por emplearse, en concepto de ácido polibásico, el ácido sulfúrico o un derivado de ácido sulfúrico.
20. 11. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en concepto de agente donador de cromo, cromatos alcalinos o bicromatos alcalinos.
- 25.

= 37 =



377277

12. Procedimiento para teñir fibras proteínicas naturales.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 37 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid, a 9 de Marzo de 1970

p.a.

JAME ISERN

P. P.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ