

Case 6755/E

379117



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

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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR EN LA MASA UNA POLIAMIDA LINEAL SINTETICA", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para teñir poliamidas lineales sintéticas (como, por ejemplo, polihexametilenadipamida, policaprolactama y polímeros del ácido aminoundecan-carboxílico) en la masa para hilar.

5. Se sabe que las poliamidas lineales sintéticas pueden teñirse en la masa si, en cualquier fase del procedimiento antes de la hilatura definitiva o la elaboración en objetos sólidos, se incorpora un colorante que sea suficientemente estable. A causa de la acción fuertemente reductora de las poliamidas lineales sintéticas fundidas, para teñir éstas en la masa únicamente son satisfactorios algunos colorantes orgánicos; por ejemplo, los pigmentos ftalocianínicos y los complejos 1:2-metálicos de
- 10.

²
379117



colorantes monoazoicos desprovistos de grupos sulfónicos.

Ahora se ha descubierto que para la tinción de las poliamidas sintéticas en la masa para hilar tienen excelente aptitud los complejos 1:1-crómicos de

5. colorantes monoazoicos que presentan uno o dos grupos de ácido sulfónico y, eventualmente, otros substituyentes no hidrosolubilizantes.

En el procedimiento de este invento pueden emplearse como colorantes, por ejemplo, los complejos crómicos de colorantes monoazoicos que presentan, en ambas posiciones vecinas al enlace azoico, grupos hidroxílicos o un grupo carboxílico y un grupo hidroxílico o respectivamente un grupo hidroxílico y un grupo amínico primario o secundario; y asimismo pueden emplearse sus sales

10. con bases orgánicas, con carácter o no de colorantes, como la rodamina, Tales complejos metálicos son solubles en agua y, si el complejo presenta naturaleza ácida, puede utilizarse en forma de una sal (como, por ejemplo, una sal sódica, potásica o amónica) o en forma del ácido libre.

15. Sin embargo, es ventajoso que los complejos presenten grupos no hidrosolubilizantes en las otras posiciones que no sean estas posiciones orto respecto al grupo azoico. En calidad de substituyentes, los colorantes monoazoicos deben contener uno o dos grupos de ácido sulfónico y eventualmente

20. otro: substituyente más, no hidrosolubilizante, que esté

379117

unido a un núcleo aromático de la molécula de colorante. A título de tales substituyentes entran en cuenta sobre todo los grupos alifáticos, como los grupos de metilo, etilo e isopropilo, y también los átomos de halógeno (como el cloro), los grupos nitro o los grupos $\text{CH}_3\text{-SO}_2$ y los grupos acilamínicos.

Los colorantes pertenecen preferentemente a la serie pirazolónica o nafténica.

Un crecido número de los complejos de cromo utilizables son ya conocidos; por ejemplo, por las patentes francesas nº 1 083 982 (Caso 3029/E), nº 570 995 (Caso 527), nº 981.117 (Caso 2524/OS), nº 834.236 (Caso 1602), nº 756.136 (Caso 1110), nº 758.263 (Caso 1123/E), nº 908.655 (Caso 2176) y nº 707.441 (Caso 898).

Dichos complejos crómicos de colorante pueden incorporarse a la poliamida lineal sintética por cualquiera de los procedimientos conocidos para teñir en la masa; por ejemplo, incorporándolos a los monómeros o prepolímeros durante la polimerización o embutiéndolos en la fusión durante el proceso de hilatura. Más conveniente es el método según el cual los complejos crómicos de colorante se aplican por volteo a recortes de la poliamida lineal o sintética y luego se funden los recortes teñidos y con la fusión se hacen hilos u objetos sólidos. Eventualmente, el volteo puede

379117



efectuarse con una dispersión del colorante en un disolvente volátil (como, por ejemplo, agua o alcohol) o con una dispersión estable obtenida moliendo el colorante con agua y una poliamida lineal sintética finamente dividida.

5. El invento puede llevarse a cabo ventajosamente tiñendo recortes de poliamida lineal sintética y empleando para ello, como baño tintóreo, una solución o dispersión acuosa, eventualmente estabilizada con un dispersante y que contenga a lo menos uno de los complejos 1:1-crómicos que se han mencionado. Para aumentar la rapidez de prensión pueden añadirse al baño tintóreo también sales, como, por ejemplo, acetato amónico o sódico o fosfato monosódico.

10. Se logra excelente agotamiento del baño tintóreo si la tinción se realiza bajo presión y a unos 130°C.
15. Este procedimiento tiene valor especial cuando se aplica a recortes de poliamida lineal sintética a los que se ha incorporado un pigmento durante la preparación por polimerización. De este modo pueden modificarse los tonos fundamentales, con lo cual se obtienen los diversos matices y también "tonos de moda".

20. Después de teñidos, los recortes se funden y se hilan para formar fibras o filamentos. También existe la posibilidad de emplear los recortes teñidos no sólo para la preparación de fibras textiles, sino también para teñir masas de fundición inyectada (cierre de cre-
- 25.

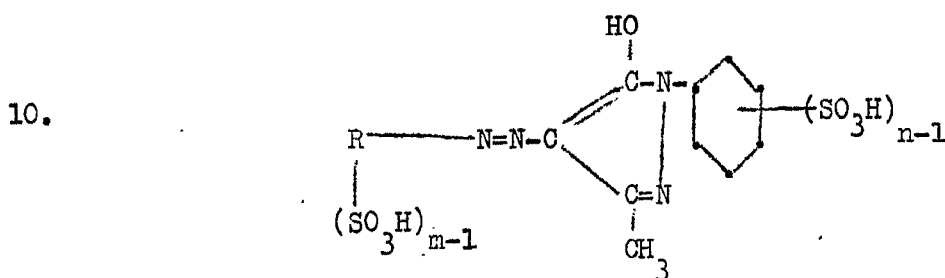
379117



mallera, auriculares telefónicos, etcétera).

Las tinturas logradas por el procedimiento de este invento tienen excelente solidez, tanto frente al lavado como al frote, a la limpieza en seco y a la luz.

- 5. Particular interés tienen en el procedimiento de este invento los complejos 1:1-crómicos de colorantes de la fórmula



en la que

- 15. R significa un radical naftílico con un grupo hidroxílico en posición vecina al puente azoico o es un radical o-carboxi- u o-hidroxi-bencénico, que puede contener un átomo de cloro u otro grupo más de ácido sulfónico;

- 20. y los símbolos

m y n significan cada uno un número entero, positivo, por valor de 2 a lo sumo.

- 25. Otro grupo interesante de complejos de cromo que pueden emplearse ventajosamente en el procedimiento de este invento lo constituyen los compuestos complejos

379117



1:1-crómicos de ácidos o-hidroxifenilazo-beta-naften-sulfónicos.

Dado que los complejos empleados en el procedimiento de este invento son solubles en las poliamidas fundidas, la dispersión por toda la masa no constituye ningún problema y

5. durante el proceso consecutivo de hilatura no se presenta dificultad ninguna por atascamiento de la placa de hileras. A pesar de su solubilidad, los colorantes no emigran hacia la superficie durante el plisado de los géneros textiles, por lo cual los colores de los géneros textiles plisados presentan excelente solidez al frote.

La tinción en la hilatura presenta ventajas sobre la tinción de las fibras de poliamida ya formadas; es más barata, requiere instalaciones más pequeñas por la posibilidad de emplear baños extremadamente breves y ofrece sorprendentemente, en muchos casos, un recurso para cubrir el barrado. Respecto al procedimiento conocido en que se emplean pigmentos orgánicos o inorgánicos, el procedimiento aquí expuesto ofrece también ventajas en parte inesperadas, como exclusión de las roturas de fibrillas, garantización inmediata de la homogeneidad (sin tedioso amasamiento o molturación de la poliamida con el pigmento), exclusión de la purificación de los colorantes, etcétera.

20. En los ejemplos que siguen, en tanto no se

25.



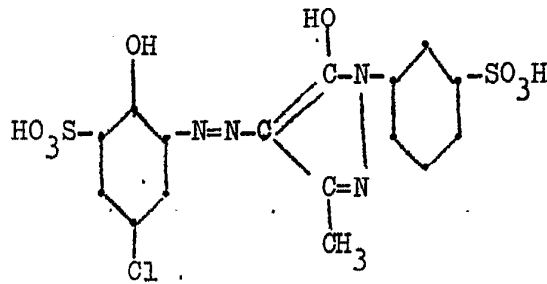
379 117

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

5. Se agitan 2 partes del complejo 1:1-crómico del colorante de la fórmula

10.



15.

20.

y alrededor de 10 partes de agua con 98 partes de polihexametilenadipamida en forma de recortes, hasta que se ha formado un depósito uniforme del complejo colorante sobre la superficie de los recortes. Se secan éstos y luego se funden y se hila la fusión en un aparato corriente, con lo cual se obtienen hilos de matiz rojo que presenta excelente solidez al lavado, al frote, a la limpieza en seco y a la luz.

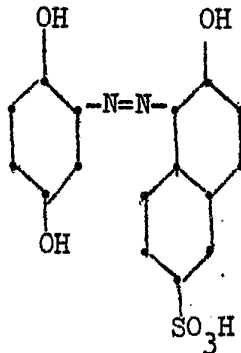
379 117



EJEMPLO 2

Se mezcla 1 parte del complejo 1:1-crómico del colorante de la fórmula

5.



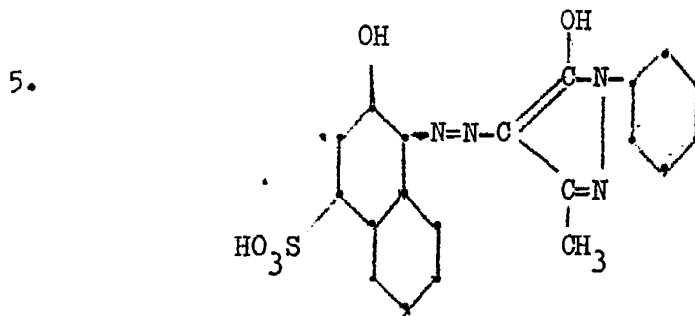
10. con 4 partes de agua, lo que da una papilla acuosa, que se mezcla con 1 parte de polihexametilenadipamida en forma de una pasta acuosa finamente dividida. Se muele la mezcla en el secador de tambor con 98 partes de polihexametilendipamida en forma de recortes, hasta que el agua
15. está evaporada. Luego se funden los recortes recubiertos y se hila la fusión en un aparato corriente, lo que da filamentos de color morado profundo, de excelente solidez al lavado, al frote, a la limpieza en seco y a la luz.



379 117

EJEMPLO 3

Se disuelven 2 partes del complejo 1:1-crómico del colorante de la fórmula



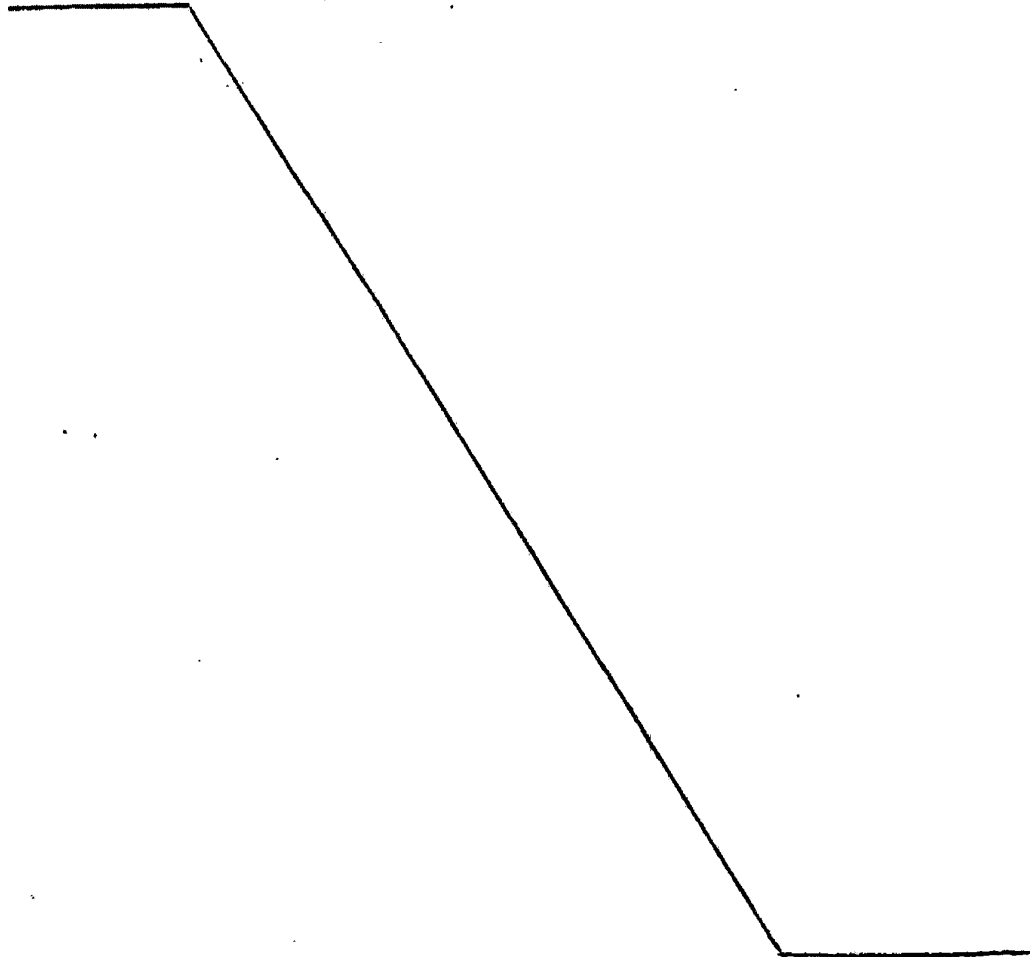
10. en 250 partes de agua. En este baño tintóreo se introducen 100 partes de recortes de superpolianida y se lleva todo ello a ebullición. Al cabo de 30 minutos, se añade con ventaja 1 parte de ácido acético glacial y se prosigue la tinción durante tres horas (en lugar de ácido acético glacial pueden utilizarse también otros ácidos, como el ácido fórmico, o aún sales, como por ejemplo el acetato amónico o sódico o el fosfato sódico, para aumentar la rapidez y el grado de prensión o afinidad del colorante).
- 15.
20. A continuación se lavan con agua los recortes teñidos y se los seca como de ordinario en vacío. Sin

379117



más, se los puede hilar en filamentos de color rojo rosado.

- Si con el procedimiento que se ha indicado se emplean los compuestos complejos 1:1-crónicos reseñados en la columna I de la tabla que sigue, se obtienen fibras de superpo-
5. liamida teñidas en hilatura en fusión con los matices que se exponen en la columna II.





379117

	I	II
5.	<p>1</p>	<p>amarillo</p>
10.	<p>2</p>	<p>anaranjado</p>
15.	<p>3</p>	<p>rojo</p>
20.	<p>4</p>	<p>rojo</p>
25.	<p>5</p>	<p>rojo</p>

379 117



	I	II
5.	6 	burdeos
10.	7 	morado
15.	8 	gris azul
20.	9 	azul
25.	10 	azul

379 117



REIVINDICACIONES.

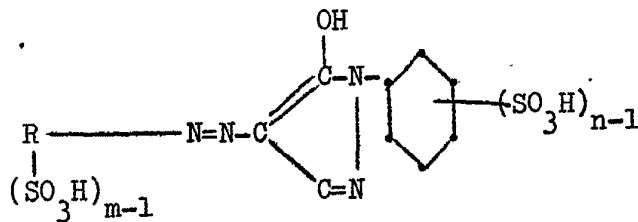
Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 6560/69 del 29 de Abril de 1969.

5. 1. Procedimiento para teñir en la masa una poliamida lineal sintética, caracterizado por emplearse, en calidad de colorantes, complejos 1:1-crómicos de colorantes monoazoicos que presentan un grupo de ácido sulfónico.

10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse colorantes o-carboxi-o'-oxi- u o,o'-dioximonoazoicos, en particular colorantes pirazolónicos de esta índole.

15. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por emplearse complejos 1:1-crómicos de colorantes de la fórmula

20.



379 117



en la que

- R significa un radical naftílico con un grupo hidroxílico en posición vecina al puente azoico o bien es un radical o-carboxi- u o-hidroxibencénico, el cual puede contener un átomo de cloro u otro grupo más de ácido sulfónico;
5. y los símbolos m y n significan cada uno un número entero, positivo, por valor de 2 a lo sumo.
10. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse compuestos complejos 1:1-crómicos de o-hidroxibencen-azo-beta-naftenos.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por realizarse aplicando el complejo 1:1-crómico sobre recortes de la poliamida lineal sintética, fundiendo a continuación los recortes teñidos e hilando la fusión en filamentos o elaborándola en objetos sólidos.
15. 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por efectuarse tiñendo recortes de poliamida lineal sintética y empleando como baño tintóreo una solución o dispersión acuosa.
20. 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones



379117



ciones anteriores, caracterizado por emplearse en calidad de poliamida lineal sintética, la polihexametileno adipamida.

5. 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por emplearse, en calidad de poliamida lineal sintética, un polímero de la epsilon-caprolactama.

10. 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1, 2 y 5 a 8, caracterizado por emplearse compuestos complejos 1:1-crómicos uniformes de colorantes que presentan uno o dos grupos de ácido sulfónico.

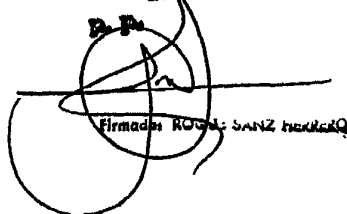
10. Procedimiento para teñir en la masa una poliamida lineal sintética.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 15 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 28 de Abril de 1970

P.a.

JAIMESERN


Firmado en ROYAL SANZ MADRID

