

380762



Case 6795/E

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>D06</u>
SUBCLASE <u>P</u>

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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR Y ESTAMPAR MATERIALES TEXTILES" a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este procedimiento se refiere a un procedimiento para la estampación policroma de materiales textiles constituidos por fibras orgánicas sintéticas hidrófobas. En efecto, se ha descubierto que pueden lograrse sobre materiales textiles de tales fibras efectos de reserva, si se emplean colorantes provistos de grupos amínicos.

5.

Objeto de este invento es por lo tanto un procedimiento para teñir y estampar materiales textiles a base de polímeros lineales hidrófobos totalmente sintéticos, desprovistos de grupos de nitrilo, el cual se caracteriza por impregnarse con colorantes de dispersión provisto de

10.

380762



grupos amínicos, secarse el material textil impregnado, estamparse con una pasta de estampar que contiene un compuesto que da reacción ácida, a lo menos en caliente, y la cual puede contener aclaradores ópticos desprovistos de grupos amínicos, pigmentos blancos desprovistos de grupos amínicos u otros colorantes desprovistos de grupos amínicos, fijarse el tejido con calor seco y a continuación quitarse por lavado, de los lugares estampados, la sal del colorante provisto de grupos amínicos.

5.

En calidad de fibras sintéticas que pueden teñirse y estamparse por el procedimiento de este invento cabe citar las fibras de poliuretano, las fibras a base de policpóxidos, las fibras de poliamida (como nilón 6, nilón 6.6, nilón 11 o nilón 12) o las fibras poliolefínicas (como el polipropileno) y sobre todo las fibras a base de triacetato de celulosa o de poliésteres aromáticos, como los de ácido tereftálico y etilenglicol o 1,4-dimetilol-ciclohexano, y polímeros mixtos de ácido tereftálico e isoftálico y etilenglicol, lo mismo que el triacetato y el 2 1/2-acetato de celulosa.

15.

20.

Entran en cuenta además los tejidos mixtos a base de las fibras mencionadas antes y fibras hidrófilas, en particular fibras de celulosa y fibras de lana. Cabe señalar las mezclas de poliéster y nilón, de poliéster y algodón y de poliéster y lana.

25.

Los materiales textiles son por lo general tejidos, géneros de punto u otros artículos planos, como materias de vellón (non-wovens).

En calidad de colorantes entran en cuenta los co-

380762



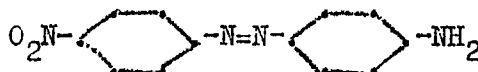
lorantes de dispersión básicos, y la expresión "colorantes de dispersión" se ciñe a la definición que se da en el Color Index. Los colorantes no deben contener grupos de ácido sulfónico ni grupos carboxílicos. A los colorantes de dispersión provistos de grupos amínicos del líquido de impregnación pueden mezclarse también colorantes de dispersión desprovistos de grupos amínicos, con el fin de lograr efectos de reserva especiales.

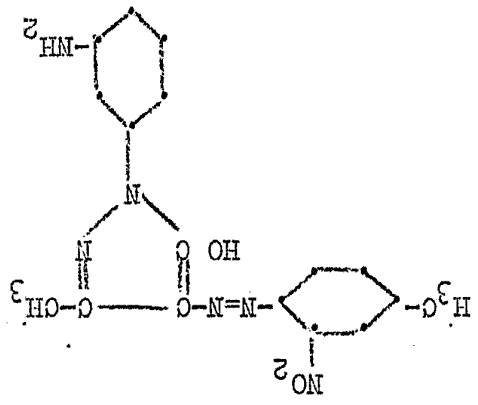
Los colorantes de dispersión básicos que entran en cuenta para el procedimiento aquí expuesto están desprovistos de grupos ácidos. Tampoco contienen átomos de nitrógeno cuaternarios, sino únicamente grupos amínicos primarios, secundarios y terciarios, que también pueden estar ligados cíclicamente, y forman sales estables con los ácidos inorgánicos.

Están indicados, por ejemplo, los colorantes de las clases estructurales siguientes: colorantes monoazoicos, disazoicos y poliazoicos, colorantes antraquinónicos, colorantes perinónicos, colorantes quinoftalónicos, colorantes nitrosos, colorantes nitro, colorantes estilbénicos y colorantes metínicos, con inclusión de los colorantes estirílicos, azametínicos, polimetínicos y azoestirílicos.

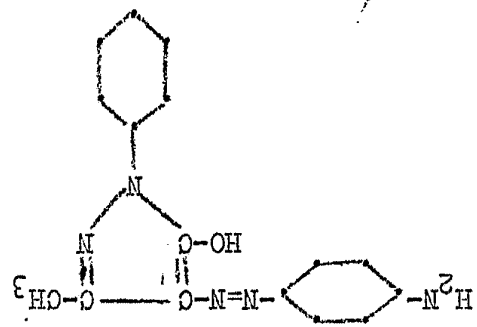
Pero también pueden emplearse otros tipos apropiados de colorantes. Como ejemplos cabe señalar:

1) Colorantes azoicos:

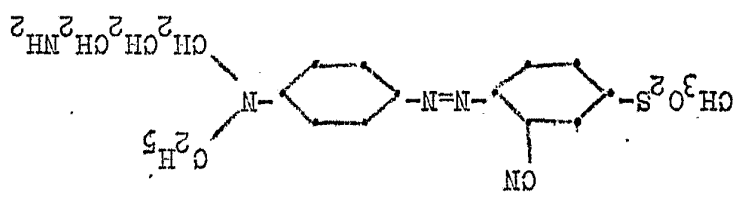




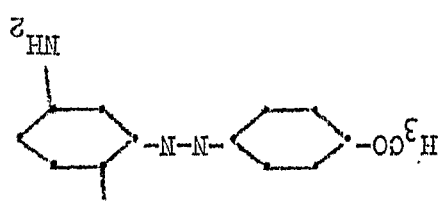
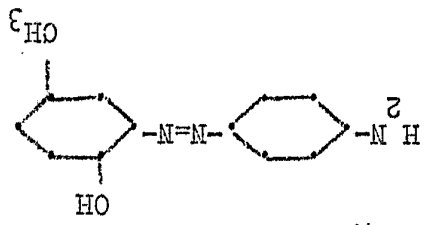
10.



10.



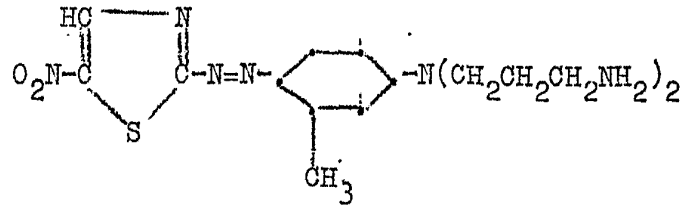
5.



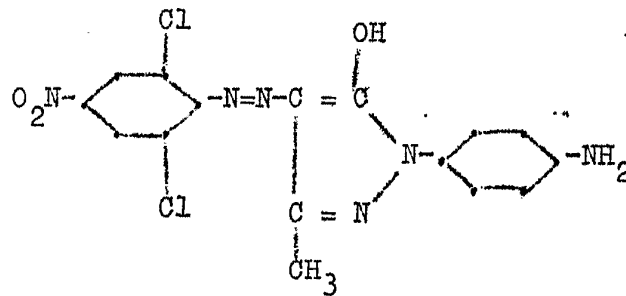
380762



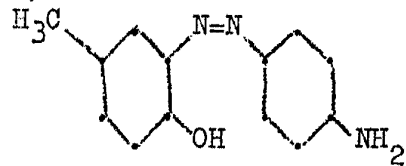
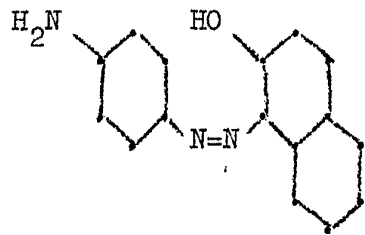
380762



5.



10.



15.

2-metil-4-[N-etil-N-(diethylaminoetil)-amino]-2',4'-
diciano-1,1'-azobenceno,

2-metil-4-[N-(beta-dimetilaminoetil)amino]-2',4'-
diciano-1,1'-azobenceno,

2-metil-4-[N-etil-N-(beta-dimetilaminoetil)-amino]-
-2',5'-diciano-4'-nitro-1,1'-azobenceno,

20.

2-metil-4-[N-(beta-hidroxietil)-N-(beta-dimetilamino-
etil)-amino]-2'-ciano-5'-cloro-1,1'-azobenceno,

2-metil-4-[N-(beta-dimetilaminoetil)-amino]-4'-nitro-
1,1'-azobenceno,

380762



2-metil-4-[N-(beta-hidroxi-etil)-N-(beta-dimetilaminoe-til)-amino]-4'-nitro-1,1'-azobenceno,

2-metil-4-[N-etil-N-(beta,N'-etil-N'-amidoacetil-aminoetil)-amino]-3'-cloro-4'-nitro-1,1'-azobenceno y

5.

4-[N-metil-N-(N'-metilaminoetil)-amino]-3-cloro-4-nitro-1,1'-azobenceno.

2) Colorantes antraquinónicos:

10.

1,4-bis-(p-amino-anilino)-5-hidroxi-antraquinona,

1,4-bis-(p-amino-anilino)-5,8-dihidroxi-antraquinona,

1,4-bis-(p-amino-anilino)-2-metil-antraquinona,

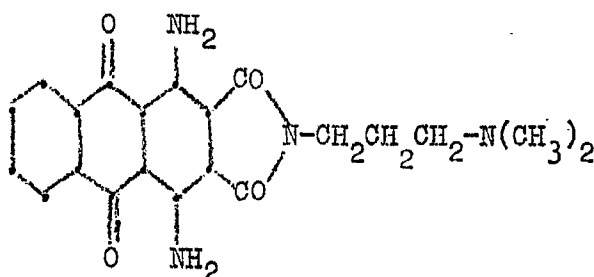
1,5-bis-(p-amino-anilino)-4,8-dihidroxi-antraquinona,

1-hidroxi-4-(p-amino-anilino)-antraquinona,

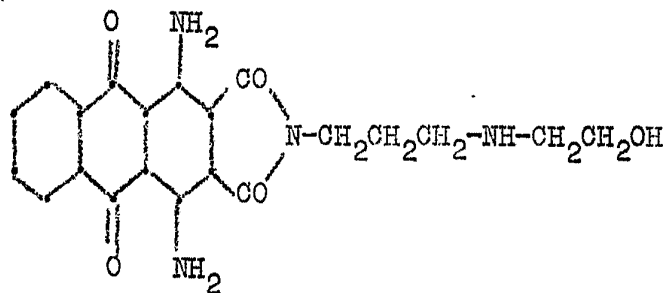
1-amino-2-bromo-4-(3'-dimetilaminopropilamino)-

15.

antraquinona,



20.



25.

Los grupos amínicos del núcleo antraquinónicos situados en alfa no son grupos amínicos básicos en el sen-

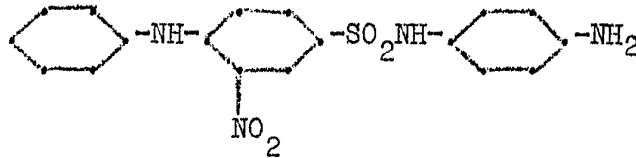
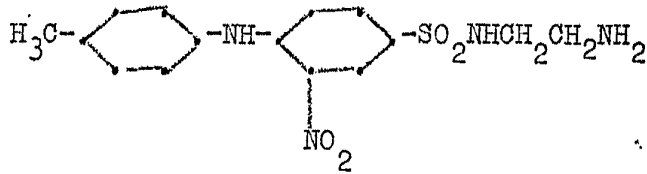
380762



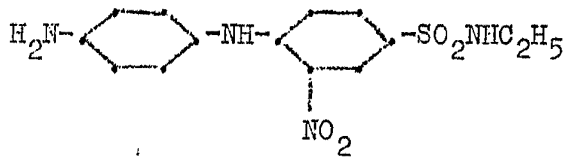
tido de este invento, porque están inactivados por la formación de puentes de hidrógeno intramoleculares.

3) Colorantes nitro:

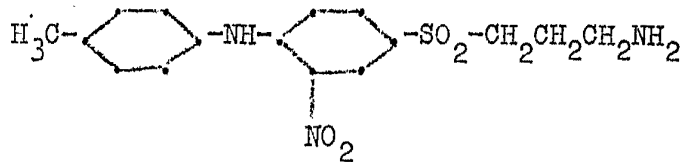
5.



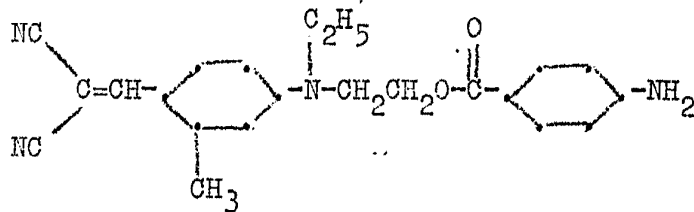
10.



15.



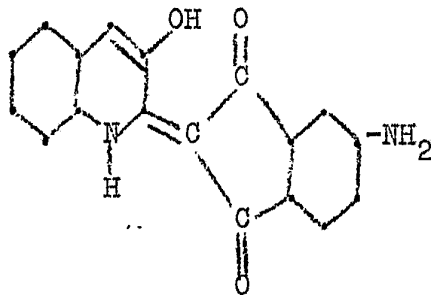
4) Colorantes estirílicos:



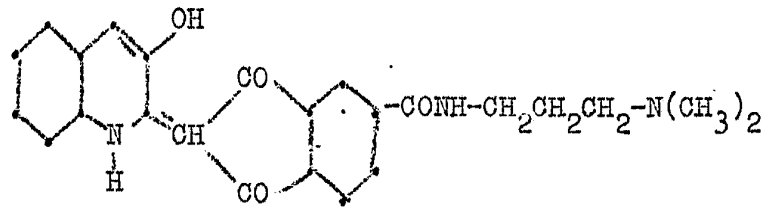
20.

5) Colorantes quinoftalónicos:

380762



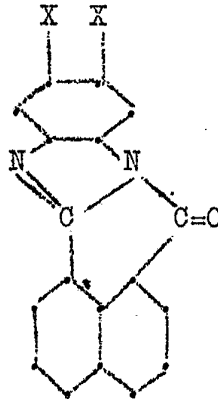
5.



10.

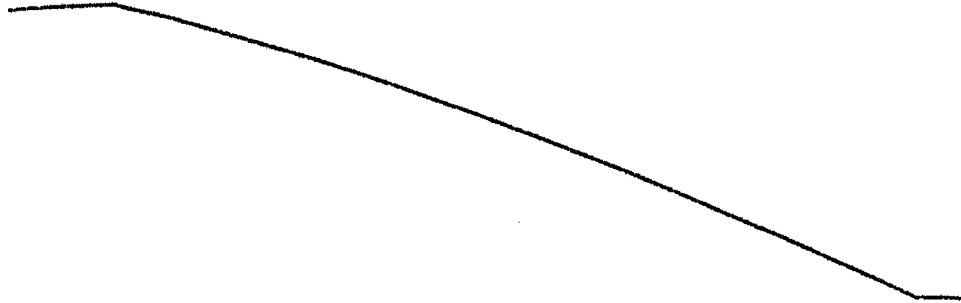
6) Colorantes perinónicos:

Las mezclas de los colorantes de la fórmula

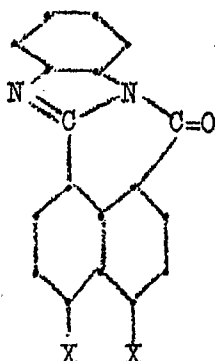


15.

o las mezclas de los colorantes de la fórmula



380762



5.

donde

una X representa en cada caso un grupo de la fórmula

$-NH_2$ y la otra X representa un átomo de hidrógeno.

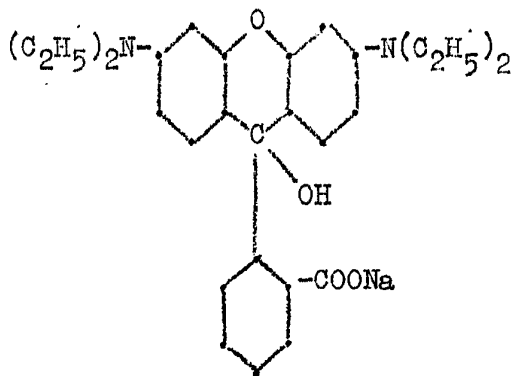
10.

7) Diversos

el bis-(4-amino-m-tolil)-(o-clorofenil)-metancarbinol

la forma carbinólica de la rodamina B (Color Index nº 45.170 B), de la estructura

15.



20.

y el verde Victoria (C.I. 42 000, forma carbinólica).

Están también en cuenta los productos de alquilación (y en particular los derivados N-metílicos y N,N-dimetílicos) de los colorantes que se han mencionado anteriormente con grupo NH_2 libre.

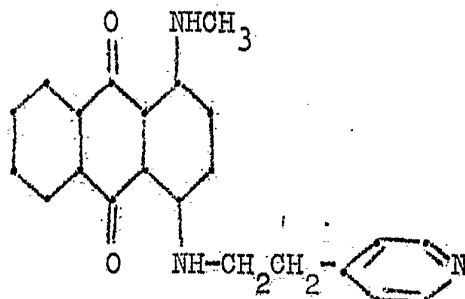
25.

380762

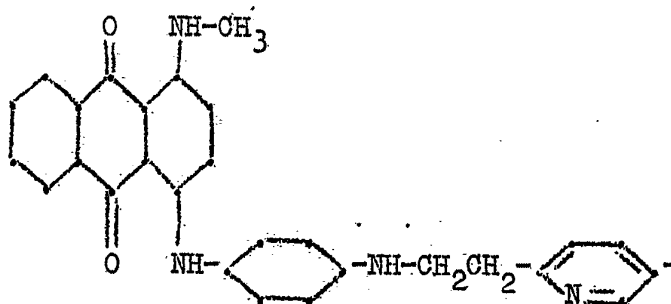


Por último, cabe señalar los colorantes que se obtienen por adición de vinilpiridina, como, por ejemplo, el colorante monoazoico a base del compuesto de diazonio de 2-cloro-4-nitroanilina y N-etil-N-[beta-(piridil-4')-etil]-aminobenceno; el colorantes monoazoico a base del compuesto de diazonio de 2,4-dinitro-6-bromobenceno y 1-[beta-(piridil-4')-etil]-aminonaftalina; el colorante monoazoico a base del compuesto de diazonio de 2-cloro-4-nitroanilina y N-etil-N-[beta-(nicotiniloxi-etil)]-aminobenceno, lo mismo que los colorantes de las fórmulas

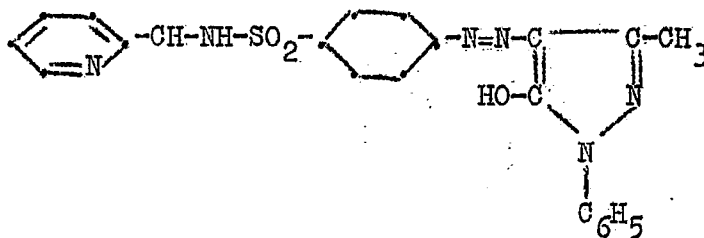
5.



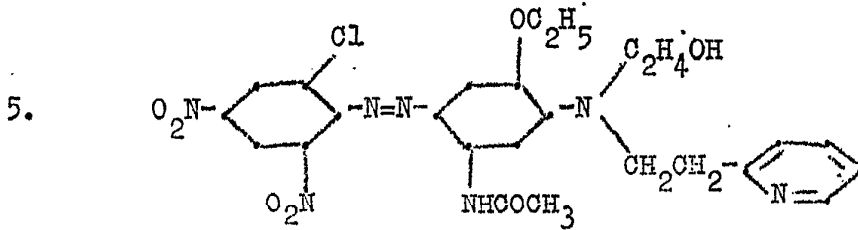
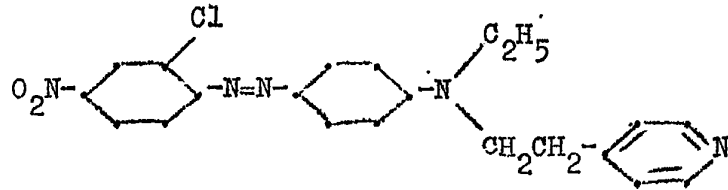
15.



20.



380762



y los colorantes

- 10. 1,4-diamino-2,beta-(piridil-2')-etoxi-antraquinona,
- 1,4-diamino-5-gamma-picolilamino-antraquinona,
- 1,4-diamino-5-[beta-(gamma-aminopropilamino)-etoxi]-antraquinona,
- 1,4-diamino-2-beta-dimetilamino-etoxi-antraquinona,
- 15. 1,4-diamino-5-gamma-(beta-hidroxi-etilamino)-propilamino-antraquinona,
- N-etil-N,beta-pirazolil-(1)-etil-4-(2-cloro-4-nitrofenilazo)-anilina
- y
- 20. N-etil-N,beta-(3',5'-dimetilpirazolil-1')-etil-3-acetilamino-4-(2-cloro-4-nitrofenilazo)-anilina.

25. El baño de impregnación será por lo general acuoso. Además del colorante, en caso necesario puede contener también otros coadyuvantes, como sales sódicas de resinas muy condensadas de ácido naftalinsulfónico y formaldehído, productos de lejía residual de celulosa sulfítica, produc-

3:3:73

380762



5. tos de condensación de alcoholes superiores con óxido de etileno, éteres poliglicólicos de amidas de ácido graso y alquifenoles, ésteres de ácido sulfosuccínico o aceite de rojo turquí. No obstante, el baño de impregnación puede ser también una solución del colorante en uno o varios disolventes orgánicos. Después de la expresión hasta el 20 a 200% del peso de la fibra, se seca el material textil. El secamiento puede efectuarse, por ejemplo, con vapor o, de preferencia, con una corriente de aire caliente, entre 70 y 150°C y durante 10 a 300 segundos.

15. A continuación se estampa el tejido con una pasta de estampar que contenga un compuesto que dé reacción ácida, a lo menos en caliente, como un ácido orgánico o inorgánico resistente al calor (por ejemplo, ácido cítrico, ácido fosfórico o fosfato monosódico), y de preferencia compuestos que en caliente desprenden un ácido inorgánico fuerte, como las sales amónicas de los ácidos fuertes. La cantidad del ácido debe estar medida de modo que el colorante que se halle en la fibra se convierta con seguridad en sal. Si la reserva permanece blanca, la pasta de reserva puede contener pigmentos blancos, como dióxido de titanio u óxido de zinc. Además, la pasta de estampar contiene los aditamentos usuales, como agentes espesantes (por ejemplo, goma arábiga o motilcelulosa).

25. Para lograr estampados policromos, se añaden todavía a la pasta de estampar colorantes resistentes a los ácidos, en particular colorantes de dispersión. Estos colorantes no deben contener grupos amínicos básicos ni grupos ácidos. Entran en cuenta, por ejemplo, los colo-

380762



rantes de dispersión, exentos de grupos amínicos y de grupos ácidos, que se indican en el Color Index.

Asimismo pueden aportarse a la pasta de estampar ácida aclaradores ópticos que presenten afinidad para el tejido orgánico (como el tejido de nylon y, sobre todo, de acetato de celulosa y de poliéster). La pasta de estampar puede contener, además de un colorante de dispersión exento de grupos amínicos, también colorantes de otras categorías tintóreas. Después de la estampación, puede secarse con vapor o aire caliente el material textil o sometersele tal cual a la fijación.

La fijación del colorantes o los colorantes al material textil se efectúa en caliente, a temperatura de 120 a 260° C, y preferentemente de 150 a 230° C, según naturaleza de la fibra, por vaporización o, de preferencia, con calor seco (procedimiento Thermosol), en dispositivos apropiados para ello. También pueden emplearse vapor de agua recalentado, de 110 a 200° C.

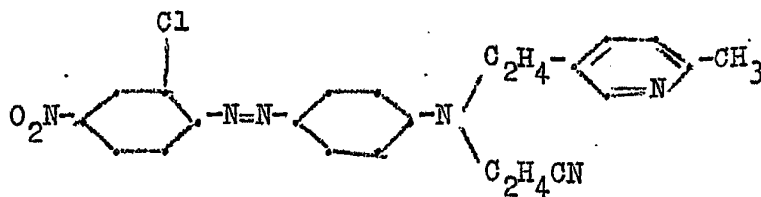
Después de la fijación se lava el material estampado. El lavado se efectúa en baño acuoso. Para ello se emplean los tensiuros usuales, como, por ejemplo, los coadyuvantes que se han mencionado anteriormente.

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

EJEMPLO 1.

Se fulardea tejido de poliéster con un baño acuoso que contiene 0,8 % del colorante de la fórmula

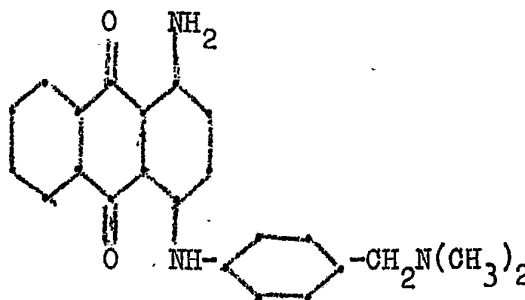
380762



5. se le exprime hasta un contenido del 60%, se le seca por 1 minuto a 120°^o, se le estampa con una solución de 40 g de sulfato amónico, 40 g de ácido cítrico, 20 g de pasta (al 75 %) de sulfonato de dodecilbenceno, 690 g de solución de almidón carboximetílico (al 10 %) y 210 g de agua, se le
10. seca por 1 minuto a 120°^o y se le termofija por 1 minuto a 200°^o en baño de aire. Luego se hierve el tejido durante 30 a 60 segundos con una solución de 15 g/litro de lejía sódica (de 60°^o Be), 5 g/litro de ditionito sódico, 5 g/litro de hidrosulfito sódico y 5 g/litro de un producto de adición de 4 moles de óxido de etileno a sodio-1-metil-2-heptadecil-2-heptadecilbencimidazol-sulfónico, se enjuaga en frío y se seca. Se obtiene un tejido teñido de rojo escarlata, con un dibujo de estampación de reserva blanca.

EJEMPLO 2

Si se tiñe de la misma manera pero con el colorante de la fórmula



25.

380762



se obtiene un tejido teñido de azul, asimismo con efecto se reserva blanco.

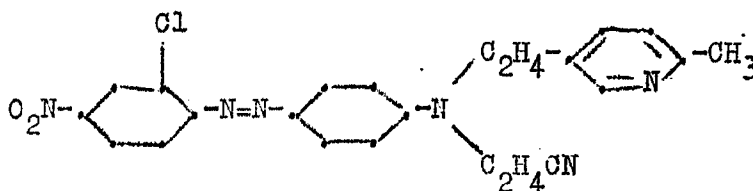
Se obtiene el mismo resultado cuando la pasta de estampar contiene suplementariamente 10 g/litro de ácido sulfamínico.

5.

EJEMPLO 3

Se fulardea tejido de poliéster con un baño acuoso que contiene 1,2 % del colorante de la fórmula

10.



15.

20.

se le exprime hasta un contenido del 60 %, se le seca por un minuto a 120°, se le estampar con una solución acuosa de 40 g/kg de sulfato amónico, 690 g/kg de solución de almidón carboximetílico (al 10%), se le seca por un minuto a 100° y se termofija por un minuto a 200°, en baño de aire. Luego se lava el tejido a 80° y durante 10 minutos con una solución de 3 g/litro de lejía sódica (de 36° Bé), 2 g/litro de hidrosulfito sódico y 1 g/litro de un producto de adición de 4 moles de óxido de etileno a sodio 1-metil-2-heptadecil-bencimidazol-sulfónico, se enjuaga en frío y se seca. Se obtiene un tejido teñido de rojo escarlata, con un dibujo de estampación de reserva blanca.

25.

Exactamente de la misma manera se obtiene un dibujo de rojo escarlata, cuando se emplea tejido de triacetato en lugar de tejido de poliéster.

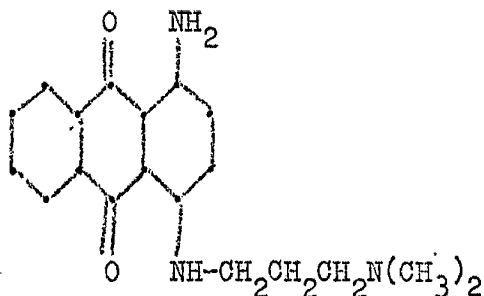
De manera análoga se obtienen dibujos con reserva

380762



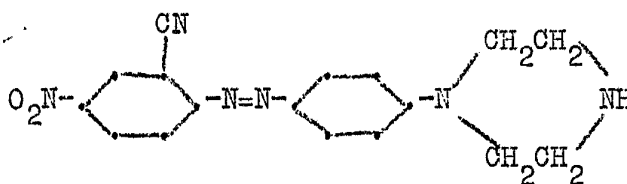
blanca sobre tejido de poliéster o de triacetato cuando se emplean los colorantes siguientes:

5.



azul

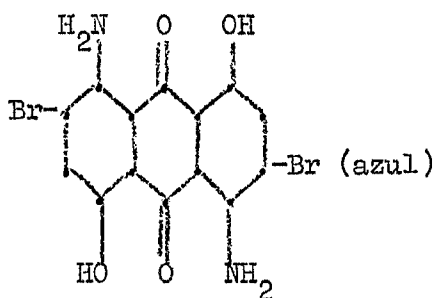
10.



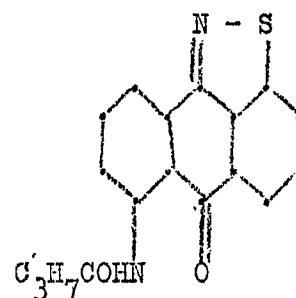
rojo

Se puede lograr un estampado de reserva policromo, si la pasta de reserva contiene al mismo tiempo uno de los colorantes siguientes:

15.

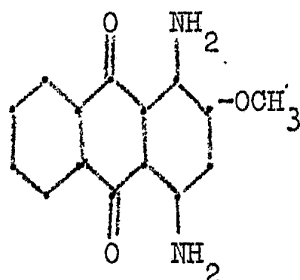


(azul)



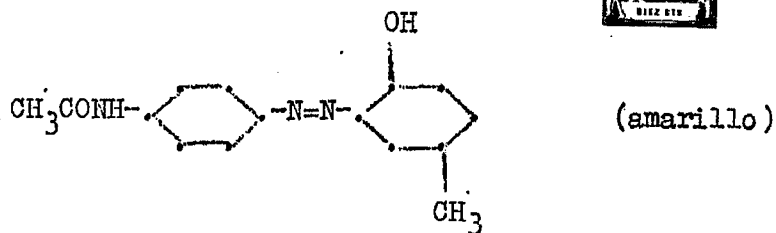
(amarillo)

20.

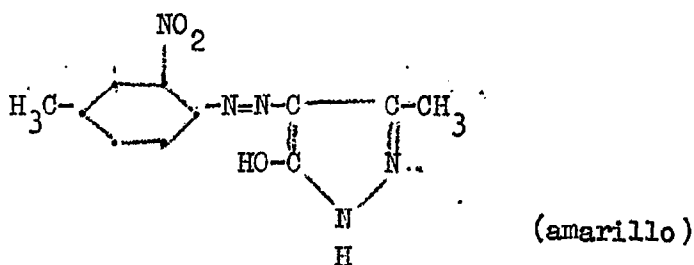


(rosa)

380762



5.



REIVINDICACIONES

10. Se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 9158/69 del 16.6.69 y 6669/70 del 4.5.70.

15. 1. Procedimiento para teñir y estampar materiales textiles de polímeros lineales hidrófobos y totalmente sintéticos, desprovistos de grupos de nitrilo, caracterizado por impregnarse con colorantes de dispersión que contienen grupos amínicos, secarse el material textil impregnado, estamparse con una pasta de estampar que contiene un compuesto de reacción ácida, a lo menos en caliente, y la cual puede contener aclaradores ópticos desprovistos de grupos amínicos, pigmentos blancos desprovistos de grupos amínicos u otros colorantes desprovistos de grupos amínicos, fijarse el tejido en caliente y a continuación quitarse por lavado la sal del colorante provisto de grupos

20.

Ref.

380762

380762



amínicos de los lugares estampados.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por contener la pasta de imprimir un exceso de un compuesto de reacción ácida.

5. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por contener la pasta de imprimir un compuesto inorgánico que da reacción ácida, a lo menos en caliente.

10. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por contener la pasta de imprimir un ácido inorgánico libre o una sal amónica de éste que den reacción ácida, a lo menos en caliente.

15. 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por contener la pasta de imprimir, en calidad de compuesto ácido, sulfato de aluminio o, preferentemente, sulfato de amonio.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por emplearse una pasta de imprimir con un aclarador óptico desprovisto de grupos amínicos básicos.

20. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por emplearse unas pastas de imprimir con un colorante de dispersión desprovisto de grupos amínicos básicos.

25. 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por teñirse o estamparse material textil a base de poliéster aromáticos lineales, nilon, triacetato de celulosa o polipropileno.

9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por teñirse material textil a base de poliésteres aromáticos o triacetato de celulosa.

h.

380762



10. Procedimiento para teñir y estampar materiales textiles.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 19 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

5.

Madrid a 15 de Junio de 1970

p.a.

J. NIETO
p.p.


Firmado: JOSE F. NIETO

12f