

382823

SECCION TECNICA
REGISTRACION
CLASE <u>D 0 6</u>
SUBCLASE <u>h</u>

PATENTE DE INVENCION

ICI Case D. 22133 -
SPAIN. -



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA TERNIR MATERIALES POLIMERICOS. -

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

Esta invención se relaciona con un procedimiento mejorado para el teñido de materiales poliméricos.

Ya es conocido el teñir materiales poliméricos en forma, por ejemplo, de textiles, por tratamiento de

5. los mismos con soluciones de materias colorantes en di-

382823

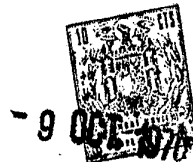
- 9



solventes orgánicos. Así, se conoce el impregnar, por ejemplo, en un proceso continuo, o estampar materiales textiles con soluciones de colorantes en un disolvente orgánico o mezcla de tales disolventes, si es necesario conteniendo espesadores, separar, si se desea, una parte sustancial del licor de colorante en exceso, y a continuación fijar el teñido o estampado mediante un tratamiento térmico ulterior. Sin embargo, la elección de colorantes y disolventes para utilizarse en tales procedimientos se ve seriamente limitada por la necesidad de solubilidad del colorante en el disolvente a temperatura ambiente o ligeramente superior a la ambiente y no es corriente encontrar solubilidad suficiente para obtener más que vivezas de color pálidas o medias.

En particular cuando se desea el uso de hidrocarburos alifáticos clorados o fluorados ininflamables, como disolventes, muchos de los colorantes disponibles tienen una solubilidad tan baja en dichos disolventes que sólo pueden obtenerse vivezas pálidas de color. Las vivezas medias de color pueden obtenerse por tal procedimiento si se añade un disolvente adicional para incrementar la solubilidad de los colorantes, pero el uso de los disolventes adicionales se traduce con frecuencia en una o más de las siguientes desventajas: costo incrementado, peligro de explosión, dificultad en la recuperación de los disolventes y un efecto adverso sobre las propiedades de las fibras.

También es conocido el teñir materiales textiles a partir de soluciones de colorantes en disolventes orgánicos por métodos discontinuos de agotamiento pero en este caso el grado de agotamiento es normalmente muy pobre incluso cuando el colorante y el disolvente han sido seleccionados



5. para que el colorante tenga la solubilidad mínima compatible con la requerida para este método de teñido. El agotamiento puede mejorarse por adición gradual, durante el proceso de teñido, de un disolvente adicional para reducir la solubilidad del colorante, pero esta técnica es embarazosa e impracticable como los disolventes mas aceptables, tales como los hidrocarburos halogenados ininflamables.

10. Mediante el procedimiento de la presente invención, puede aplicarse una amplia variedad de materias colorantes a partir de un medio disolvente orgánico por procesos discontinuos o continuos o procesos de estampado para dar tonalidades homogéneas y sólidas que, si se desea, pueden obtenerse en grandes vivezas de color.

15. Según la invención, se proporciona un procedimiento para el teñido de materiales poliméricos que comprende las etapas sucesivas de tratar el material polimérico con una dispersión desfloculada estable en un líquido orgánico de una materia colorante en fino tamaño de partícula, y separar el líquido orgánico, calentándose el material polimérico simultáneamente con o después del tratamiento con
20. la dispersión o después del mismo.

25. Por "teñido de materiales poliméricos" se quiere dar a entender la incorporación de materias colorantes dentro del material polimérico que incluye la adsorción sobre la superficie del material polimérico. No se quiere dar a entender la unión mecánica de materias colorantes a la superficie del material polimérico mediante agentes aglutinantes, como por ejemplo en la estampación con pigmentos.

30. Los materiales poliméricos se encuentran en cualquier forma conveniente que posea una elevada área su-



- perficial por unidad de volúmen, por ejemplo, filamentos, fibras, materiales textiles que comprenden tales filamentos o fibras películas, cintas o polvos. Como ejemplos de materiales poliméricos, pueden mencionarse a las fibras celulósicas naturales tales como algodón, lino, cáñamo, yute, sisal y ramio, fibras celulósicas regeneradas tales como rayón de viscosa y de cupramio, fibras de ésteres de celulosa tales como acetato y triacetato de celulosa, fibras proteínicas naturales tales como lana, seda y mohair,
5. proteínas regeneradas, polismidas sintéticas, por ejemplo, nylon 66 y 6 y poliamidas modificadas, poliésteres, por ejemplo, tereftalato de polietileno y poliésteres modificados, poliacrilonitrilo y poliacrilonitrilos modificados, poliuretanos y materiales tales como cueros y pieles.
- 10.
15. Por el término "dispersión desfloculada estable" se quiere dar a entender una dispersión en la cual una proporción negligible de ataques entre las partículas de la fase dispersa se traduce en una adhesión entre las partículas.
20. Las dispersiones que no son dispersiones desfloculadas estables, incluso aunque tengan un fino tamaño de partícula, dan lugar a unos tejidos manchados y muy heterogéneos.
25. Las partículas de la materia colorante deberán ser inferior a 25 micras y con preferencia inferiores a 10 micras, dándose a entender con este que en una muestra diluída de la dispersión observada con un microscopio, la mayor parte sustancialmente de las partículas deberán tener un diámetro circular equivalente por debajo del límite establecido.
- 30.

382823



- El líquido orgánico puede ser cualquier material orgánico que a la temperatura usada para el teñido se encuentre en estado líquido, no se disuelva o afecte en una extensión indeseable a la composición química o forma física del material polimérico, y que tenga una solubilidad limitada para la materia colorante tal que una parte significativa de la materia colorante esté en estado no disuelto por lo menos al comienzo del proceso de teñido.
- Como ejemplos de líquidos orgánicos que puede utilizarse, sujetos a su apropiabilidad para cualquier material polimérico y materia colorante, pueden mencionarse a los alcoholes tales como metanol, n- e isobutanol, alcohol furfúrico y alcohol tetrahidrofurfúrico, cetonas tales como ciclohexanona, ésteres tal como acetato de butilo, éteres tal como dioxano, etilenglicol-monometil- y monoetil-éter, hidrocarburos tales como white spirit y xileno, e hidrocarburos halogenados, tales como clorobenceno y 1:1:2-tricloro-1:2:2-trifluormetano. Los líquidos orgánicos preferidos son los hidrocarburos y los hidrocarburos halogenados, especialmente, en vista de su recuperación generalmente fácil e incombustibilidad, los halo-hidrocarburos alifáticos inferiores, tales como cloroformo, tetracloruro de carbono, 1:1:1-tricloroetano, tricloroetileno, dibromoetileno y, sobre todo, tetracloroetileno (percloroetileno).
- Si se desea, pueden emplearse mezclas de estos líquidos o mezclas de materiales orgánicos que sean líquidos bajo las condiciones del procedimiento de la invención. La presencia de líquidos inorgánicos, en particular agua, puede tolerarse en tanto en cuanto una parte significativa de la materia colorante esté en estado no disuelto en el líquido
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

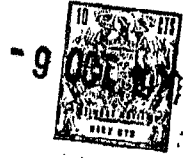
382823 - 9 OCT



orgánico al comienzo del proceso de teñido y los líquidos inorgánicos no tienen un efecto adverso sobre el material polimérico.

5. Como materia colorante, puede utilizarse cualquier colorante o pigmento orgánico que tenga la solubilidad limitada necesaria en el líquido orgánico. Como ejemplos de estos, se mencionan particularmente a los colorantes dispersos y a los colorantes solubles en agua. Estos colorantes pueden ser de cualquiera de las series conocidas de colorantes, por ejemplo, colorantes de diarilmetano, triarilmetano, xanteno, azina, oxazina o tiazina, especialmente, colorantes azo, antraquinona, nitro, ftalocianina, metina, estirilo, naftoperinona, quinoftalona o 5-amino-8-hidroxil:4-naftoquinonaimina.
10. Por "colorantes solubles en agua" se quiere dar a entender especialmente a los colorantes básicos, es decir, colorantes que contienen grupos catiónicos y los denominados colorantes ácidos y directos.
15. Los colorantes azóicos preferidos son los colorantes monoazóicos y diazóicos y los derivados metalizados de los mismos. Como ejemplos de estos colorantes azóicos metalizados, puede mencionarse aquellos que contienen un átomo de cobre, cromo o cobalto enlazado a una molécula de un colorante monoazóico y aquellos que contienen un átomo de cromo o cobalto enlazado a dos moléculas del mismo o diferente colorante monoazóico. Dichos colorantes metalizados pueden contener opcionalmente grupos ácido sulfónico o ácido carboxílico solubilizantes en agua.
20. Cualquiera de estos colorantes puede contener grupos reactivos con la fibra, es decir, grupos que son ca-
- 25.
- 30.

382823



paces de formar un enlace covalente con la fibra u otro sustrato polimérico.

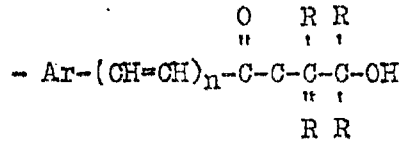
Los colorantes deberán ser seleccionados de modo que tengan alguna afinidad con respecto al material polimérico a teñir.

5. Los colorantes dispersos son en general adecuados para el teñido de poliésteres, ésteres de celulosa, nylon y poliacrilonitrilo modificado; los colorantes ácidos, los colorantes directos y los colorantes reactivos para el teñido de materiales celulósicos y poliamidas naturales y sintéticas; y los colorantes catiónicos para el teñido de poliamidas sintéticas y poliacrilonitrilos modificados. Cuando en el procedimiento se emplean mezclas de materiales poliméricos, por ejemplo, conjuntos de poliéster/algodón o de poliéster/lana, entonces se requerirá una mezcla adecuada de colorantes para el teñido de los componentes separados de los conjuntos. Ejemplos de colorantes de estas clases diferentes se mencionan en la segunda edición del Colour Index y en los diversos suplementos al mismo.

20. La dispersión desfloculada requerida para utilizarse en el procedimiento de la invención, puede prepararse, por ejemplo, moliendo o triturando la materia colorante, en presencia del líquido orgánico y un agente desfloculante para evitar que se agreguen las partículas del sólido. Alternativamente, un polvo autodispersable de la materia colorante puede agitarse con el líquido orgánico, en presencia de un agente desfloculante, o la materia colorante puede ser "inundada" en el líquido orgánico extractando una suspensión o pasta acuosa de la materia colorante con el líquido orgánico, en presencia de un agente desfloculante o con ulterior adición de un agente desfloculante.



Los agentes desfloculantes usados para preparar las dispersiones son preferiblemente como mínimo parcialmente solubles en el líquido orgánico. Como agentes desfloculantes pueden mencionarse a las poliureas esencialmente libres de grupos amino básicos y que contienen por lo menos dos grupos urea y al menos dos grupos alquilo, alquenilo o alcapolie-
 5. grupos amino básicos y que contienen por lo menos dos grupos urea y al menos dos grupos alquilo, alquenilo o alcapolie-
 nilo cada uno de los cuales contiene como mínimo 8 átomos de carbono, tales como los descritos en nuestra solicitud de patente británica copendiente Nº. 41058/69 (Nº. de serie
 10.) y los compuestos de fórmula:



15. en la que Ar es un grupo aromático, n es 0 ó 1, de 2 a 3 grupos R son individualmente hidrógeno, metilo y etilo y el grupo o grupos R restante, individualmente, o la combinación del grupo R-C-C-R restante, proporciona un componente similar a una cadena solvatable de al menos 12 enlaces, los cuales se describen en la memoria británica Nº 1.108.261.
 20.

La cantidad de materia colorante dependerá por ejemplo de la viveza de color requerida y de la resistencia tintorial y afinidad de la materia colorante, pero normalmente es satisfactorio un 0,2 a un 5% de materia colorante,
 25. basado en el peso de material polimérico, aunque si se desea puede utilizarse más o menos cantidad.

La cantidad de agente desfloculante usada dependerá de la eficacia desfloculante del agente en cuestión que se aplica sobre la materia colorante, pero en general serán satisfactorias las cantidades comprendidas entre 5 y 50%, basado
 30.

382823



en el peso de la materia colorante, aunque si se desea pueden emplearse cantidades fuera de esta gama.

El procedimiento de la invención puede realizarse

mediante cualquier procedimiento convencional para el te-

5. ñido de materiales poliméricos por tratamiento con un medio líquido. Por ejemplo, en el teñido discontinuo, el material polimérico se agita en la dispersión, la cual puede convenientemente, pero no necesariamente, tener de 5 a 50 partes de líquido orgánico por cada parte de material polimérico, a una temperatura convenientemente entre 50 y 10. 175°C. Cuando se obtiene la viveza de teñido deseada o cuando el agotamiento es prácticamente completo, el material polimérico se separa de la dispersión y se seca, opcionalmente a temperatura elevada para separar el líquido orgánico en 15. exceso. Si se desea, antes del secado puede emplearse una etapa de enjuagado en líquido orgánico fresco.

- En un proceso de teñido continuo, el material polimérico puede hacerse pasar, por ejemplo, a través de la dispersión y a continuación a través de rodillos para separar la dispersión en exceso, secarse y calentarse a una temperatura, por ejemplo, de 80 a 220°C. 20.

Similarmente, la dispersión puede aplicarse al material textil por técnicas de pulverización o de estampación.

25. Cuando un material textil de celulosa se tinte con colorantes reactivos por el proceso de la invención, el teñido se lleva a cabo normalmente en presencia de un agente alcalino, en cuyo caso el agente alcalino se emplea también en forma de una dispersión estable en un líquido orgánico.

30. Si se desea, pueden estar presentes otros auxi-

382823



5. lieres del teñido, especialmente auxiliares que sean solubles o dispersables en el líquido orgánico. En el caso de dispersiones aplicadas por métodos de estampación o impregnación, a veces es conveniente incluir espesantes, especialmente aquellos que tienen ésteres de celulosa, ésteres polivinílicos o alcohol polivinílico como base.

10. El uso de líquidos orgánicos, en particular hidrocarburos alifáticos halogenados en lugar de agua como medio líquido para los procedimientos de teñido, confiere cierto número de ventajas; el teñido es más rápido en los procedimientos de agotamiento y la humectación del textil es más fácil y la absorción superior en los procedimientos de impregnación; los líquidos orgánicos poseen calores específicos y calores latentes de evaporación más bajos que el agua, reduciéndose así los costos de calentamiento y secado y permitiendo también la recuperación económica del líquido orgánico para volverlo a emplear, lo cual evita las dificultades incrementadamente severas que se dan en el tratamiento de efluentes acuosos; adicionalmente, se realiza un número de tratamientos de lavado y acabado en un medio no acuoso y en casos adecuados estos pueden integrarse con la operación de teñido.

15. La invención se ilustra pero no se limita por los siguientes ejemplos, en los cuales todas las partes y porcentajes se indican en peso a menos que se diga lo contrario.

25. EJEMPLO 1

30. Tres piezas de género, pesando cada una 2 g (cada una de ellas de tereftalato de polietileno, triacetato de celulosa y de nylon 66), se colocan en una mezcla de C,6



cc de una dispersión de azul disperso C.I. 26 y 120 cc de percloroetileno a 20°C. La temperatura se eleva al punto de ebullición y se mantiene durante 1 hora. Después de enjuagar con percloroetileno y de secar, los géneros se tiñen fuertemente.

5. La dispersión usada anteriormente se prepara por el siguiente procedimiento:

Una mezcla de 10 partes de 1:5-dihidroxi-4:8-di(metilamino)antraquinona (azul disperso C.I. 26), 5 partes del producto de poliurea preparado como se describe más abajo y 163 partes de percloroetileno, se moltura con bolas, durante 16 horas, para dar una dispersión bien desfloculada finamente dividida.

15. El polímero usado anteriormente se prepara añadiendo gradualmente una solución de 17,4 partes de una mezcla 80:20 de 2,4- y 2,6-telilen-diisocianatos en 39,5 partes de acetona a una solución de 37,2 partes de una alquilpropilendiamina de fórmula $R-NH-(CH_2)_3-NH_2$ en la que R representa un grupo alquilo derivado de sebo, comercialmente disponible bajo el nombre comercial Duomeen T. (Duomeen es una marca registrada), en 158 partes de acetona a 48°C, separándose la acetona por destilación a una temperatura de 100°C bajo presión reducida.

EJEMPLO 2

25. Se repite el procedimiento del ejemplo 1 usando dispersiones de 1-metilamino-4- β -hidroxietilaminoantraquinona (azul disperso C.I. 3) y 1:4-dihidroxi-5:8-di(β hidroxietilamino)antraquinona (azul disperso C.I. 7), en lugar de la dispersión de 1:5-dihidroxi-4:8-di(metilamino)antraquinona. Los géneros se tiñen fuertemente.

30. Cada una de las dispersiones usadas anteriormente se prepara por los siguientes procedimientos:

382823



Una mezcla de 10 partes de colorante, 5 partes del producto de poliurea preparado como se describe más abajo y 163 partes de percloroetileno, se moltura con bolas, durante 16 horas, para dar una dispersión bien desfloculada finamente dividida.

5.

El producto de poliurea usado anteriormente se prepara añadiendo gradualmente una solución de 73,7 partes de una solución al 40% en acetato de butilo de 2:4- y 2:6-tolil en diisocianatos mezclados polimerizados, conteniendo

10.

5,7% de grupos isocianato y menos de 0,5% de tolilen-diisocianato libre, en 32 partes de acetona, a una solución agitada de 53,5 partes de una amina secundaria grasa derivada de soja comercialmente disponible bajo el nombre comercial de Armeen 2S (Armeen es una marca registrada) en 118 partes de acetona a 50-55°C. La acetona se separa entonces por destilación hasta una temperatura de 100°C bajo presión reducida.

15.

Se obtienen resultados similares si el producto de poliurea anterior usado en la preparación de las dispersiones de colorante se reemplaza por el producto de poliurea obtenido como se describe a continuación:

20.

Este producto de poliurea se prepara añadiendo gradualmente una solución de 37,5 partes de una solución al 50%, en acetato de etilo, de tolilen-diisocianatos mezclados polimerizados de un bajo grado de polimerización conteniendo 8,5%

25.

de tolilen-diisocianato libre y 11,2% de grupos isocianato en 15,8 partes de acetona, a una solución agitada de 31,5 partes de una mezcla de aminas insaturadas, oleilamina larga, comercialmente disponible bajo el nombre comercial Armeen O, en 87 partes de acetona y separando entonces la acetona por destilación hasta una temperatura de 100°C a presión reducida.

30.

382823



EJEMPLO 3

Una pieza de género de tereftalato de polietileno (6 partes en peso) se tinte, durante 1 hora a ebullición, en una mezcla de 1,07 partes de la dispersión de 1:5-dihidroxí-4:8-di(metilamino)antraquinona usada en el ejemplo 1 y 195 partes de percloroetileno. Se obtiene un teñido del género muy uniforme. Cuando este procedimiento se repite pero usando una dispersión preparada sin el uso del producto de poliurea se obtiene un teñido muy desigual puesto que la dispersión no está desfloculada.

Se obtiene un teñido similar muy uniforme al repetir el procedimiento anterior usando una dispersión de 1:4-diamino-5-nitroantraquinona (violeta C.I.8) preparada por el procedimiento descrito en el ejemplo 2 para la preparación de una dispersión de 1-metilamino-4- β -hidroxietilaminoantraquinona.

EJEMPLO 4

Una pieza de género de tereftalato de polietileno (6 partes en peso) se tinte durante 1 hora a ebullición (160°C) en una mezcla de 92 partes de white spirit y 0,78 partes de una dispersión de 1:4-diamino-5-nitroantraquinona. Se obtiene un teñido muy uniforme.

La dispersión usada anteriormente se prepara por el siguiente procedimiento:

Una mezcla de 10 partes del colorante, 5 partes del producto de poliurea preparado a partir de Arneon 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 77 partes de white spirit, se moltura con bolas, durante 16 horas, para dar una dispersión desfloculada finamente dividida.

EJEMPLO 5



Una pieza de género de tereftalato de polietileno se impregna a través de una mezcla de 10 partes de la dispersión de 1:5-dihidroxi-4:8-di-(metilamino)antraquinona usada en el ejemplo 1 y 90 partes de percloroetileno. Después de secar y de vaporizar durante 2 minutos a 180°C ó cocer durante 1 minuto a 200°C, se obtiene un tejido muy uniforme sólido al lavado.

Se obtienen tejidos similares muy uniformes por este procedimiento usando las dispersiones de colorante obtenidas como se describe en el ejemplo 2.

EJEMPLO 6

Se repite el procedimiento del ejemplo 5 usando una mezcla de 20 partes de una dispersión de 2:4-dinitro-4'-hidroxidifenilamina (amarillo disperso C.I. 1), preparada como se describe más abajo, y 80 partes de percloroetileno. Se obtiene un tejido muy uniforme, sólido al lavado.

Una mezcla de 10 partes de colorante, 1 parte del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 23, como se describe en el ejemplo 2, y 163 partes de percloroetileno, se moltura con bolas, durante 16 horas, para dar una dispersión bien desfloculada finamente dividida.

EJEMPLO 7

Se repite el procedimiento del ejemplo 5 usando una mezcla de 10 partes de una dispersión de 4:8-diamino-1:5-dihidroxi-antraquinona, preparada como se describe más abajo, y 90 partes de percloroetileno y empleando un tratamiento de cocido durante 2 minutos en lugar de 1 minuto a 200°C. Se obtiene un tejido muy uniforme, sólido al lavado.

La dispersión usada anteriormente se obtiene por el procedimiento descrito en el ejemplo 1 usando 4:8-diamino-



1:5-dihidroxiantraquinona en lugar de azul disperso C.I. 26.

EJEMPLO 8

5. 6 partes de género voluminoso de nylon 66 se colocan en un baño de tinte que contiene 0,736 partes de una dispersión de la sal sódica del ácido 1-amino-4-anilinoantraquinona-2-sulfónico, preparada como se describe más abajo, 0,2 partes de la sal de isopropilamina del ácido dodecibenzenosulfónico y 192 partes de percloroetileno. El baño de tinte se calienta al punto de ebullición durante 1 hora.

10. Durante este tiempo el baño de tinte se agota de tinte casi completamente. El género se extrae entonces, se enjuaga en percloroetileno y se seca. Se obtiene un tejido azul fuerte.

15. La dispersión usada anteriormente se prepara molliendo con bolas una mezcla de 10 partes de la sal sódica del ácido 1-amino-4-anilinoantraquinona-2-sulfónico, 5 partes del producto de poliurea preparado como se describe más abajo y 163 partes de percloroetileno, durante 16 horas.

20. El producto de poliurea usado anteriormente se prepara añadiendo gradualmente una solución de 29,8 partes de una solución al 75% en acetato de etilo, comercialmente disponible, de un aducto de tolileno-diisocianatos mezclados y polioles y conteniendo 14,1% de grupos isocianato residuales en 16 partes de acetona, a una solución agitada

25. de 53,5 partes de Armeen 2S en 118 partes de acetona, a 50-55°C, separándose entonces la acetona por destilación a una temperatura de hasta 100°C, bajo presión reducida.

EJEMPLO 9

30. 6 partes de un género voluminoso de nylon 66 se colocan en un baño de tinte que contiene 0,64 partes de

382823



- una dispersión de ácido 1-amino-4-anilinoantraquinona-2-sulfónico, preparada como se describe más abajo, y 192 partes de percloroetileno. El baño de tinte se calienta entonces al punto de ebullición durante 1 hora. El género, que es teñido en una tonalidad azul brillante, se extrae entonces, se enjuaga en percloroetileno y se seca.
- 5.

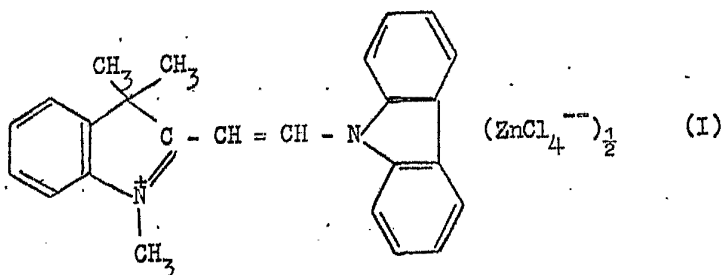
- La dispersión usada anteriormente se obtiene molturando con bolas una mezcla de 10 partes de ácido 1-amino-4-anilino-antraquinona-2-sulfónico, 5 partes del producto de poliurea usado en el ejemplo 8 y 163 partes de percloroetileno durante 16 horas.
- 10.

EJEMPLO 10

- 3 partes de un género de poliacrilonitrilo modificado disponible bajo el nombre comercial de Courtelle (Courtelle es una marca registrada) y 3 partes de un género voluminoso de nylon 66, se colocan en un baño de tinte que contiene 0,96 partes de una dispersión, preparada como se describe más abajo, y 192 partes de percloroetileno y se efectúa el teñido al punto de ebullición durante 1 hora. Los géneros, que son teñidos en tonalidades amarillas se extraen entonces, se enjuagan en percloroetileno y se secan.
- 15.
- 20.

- La dispersión usada anteriormente se prepara moliendo con bolas una mezcla de 10 partes del colorante de formula I, 5 partes del producto de poliurea usado en el ejemplo 8 y 163 partes de percloroetileno durante 16 horas.
- 25.

382823



EJEMPLO 11

Se colocan 6 partes de género voluminoso de nylon
10. 66 en un baño de tinte que contiene 0,64 partes de una disper-
sión de la sal sódica del ácido 1-(2'-sulfon-N-metilanilido-
fenilazo)-2-amino-8-naftol-6-sulfónico, preparado como más aba-
jo se describe, 0,2 partes de la sal de isopropilamina del áci-
do dodecibencenosulfónico y 192 partes de percloroetileno. El
15. baño de teñido se calienta entonces léntamente y se mantiene
en el punto de ebullición durante 1 hora. A continuación se
extrae el género, se enjuaga en percloroetileno y se seca. Se
obtiene un teñido rojo-azulado brillante.

La dispersión usada anteriormente se prepara mo-
20. liendo con bolas una mezcla de 10 partes del colorante, 85
partes de percloroetileno y 5 partes del producto de poliurea
preparado a partir de Armeen 2S como se describe en el ejem-
plo 2.

EJEMPLO 12

25. Se tiñen 10 partes de género de tereftalato de
polietileno, durante 1 hora, a ebullición, en una mezcla de
1,6 partes de una dispersión de 1:4-bis(3'-metil-4'-hidroxife-
nilazo)benceno y 192 partes de percloroetileno. El género se
enjuaga, luego en percloroetileno y se seca. Se obtiene una to-
30. nalidad amarilla uniforme.

382823

59 OCT

La dispersión de colorante usada en este ejemplo se obtiene moliendo con bolas, durante 14 horas, 10 partes del colorante, 5 partes del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 145 partes de percloroetileno.

5.

EJEMPLO 13

Se tiñen 6 partes de género de tereftalato de polietileno, durante 1 hora, a ebullición (160°C), en una mezcla de 48 partes de white spirit y 0,6 partes de una dispersión de 2-metil-4-(di- β -hidroxietilamino)-2'-cloro-4'-(N- β -cloroetilsulfonamido)azobenceno. Se obtiene un tñido profundo y uniforme de escarlata.

10.

La dispersión de colorante usada en este ejemplo

se obtiene moliendo con bolas, durante 16 horas, una mezcla de 10 partes del colorante, 5 partes del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 85 partes de white spirit.

15.

EJEMPLO 14

En lugar de las 0,6 partes de la dispersión de colorante usada en el ejemplo 13, se utilizan 0,96 partes de una dispersión de 2-metil-4-(di- β -hidroxietilamino)-4'-nitroazobenceno, con lo cual se obtiene un tñido profundo y uniforme de color rojo.

20.

Esta dispersión de colorante se prepara moliendo

con bolas, durante 16 horas, una mezcla de 10 partes del colorante, 5 partes del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 145 partes de percloroetileno.

25.

EJEMPLO 15

Se tiñen 10 partes de género voluminoso de nylon

30.

382823



5. 66, durante 1 hora, a ebullición, en una mezcla de 160 partes de percloroetileno y 1,6 partes de una dispersión de 2-metil-4-(di- β -hidroxietilamino)-2'-cloro-4'-(N- β -cloroetilfulfonamido)azobenceno. Se obtiene un tefido profundo y uniforme de color esarlata.

10. La dispersión de colorante se prepara moliendo con bolas, durante 16 horas, una mezcla de 10 partes del colorante, 5 partes del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 145 partes de percloroetileno.

Similarmente, puede tefirse un género de tereftalato de polietileno en tonalidades esarlata mediante el procedimiento de tefido anterior.

EJEMPLO 16

15. Una pieza de género de punto de nylon 66 se impregna a través de una mezcla de 115 partes de una dispersión de 2-metil-4-(di- β -hidroetilamino)-2'-cloro-4'-(N- β -cloroetilsulfonamido)azobenceno y 885 partes de percloroetileno, y el género se pasa entonces entre rodillo. El género se seca y se trata con vapor entonces durante 15 minutos a 100°C o se cuece durante 2 minutos a 200°C. El género se enjuaga luego en percloroetileno, secándose finalmente. En cada caso, se obtiene un tefido esarlata uniforme de buenas propiedades de solidez en húmedo.

25. La dispersión de colorante se prepara moliendo con bolas, durante 16 horas, una mezcla de 10 partes del colorante, 1 parte del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 150 partes de percloroetileno.

30. Si el colorante anterior se reemplaza por una

382823



cantidad igual de 2-hidroxi-5-metil-4'-[2"-cloro-4"-(di-β-hidroxi-etilamino)-1":3":5"-triazin-6"-ilamino]azobenceno, se obtiene un teñido uniforme amarillo de buenas propiedades de solidez en húmedo.

5. EJEMPLO 17

En lugar de las 1,6 partes de la dispersión de colorante empleada en el ejemplo 15, se emplean 1,6 partes de una dispersión de 1:4-bis (γ-cloro-β-hidroxipropilamino)antraquinona, con lo cual se obtiene un teñido uniforme azul. Si el proceso de teñido se efectúa durante 1 hora a 15°C en un recipiente cerrado en lugar de durante 1 hora a ebullición (121°C), se obtiene entonces un teñido más profundo.

10. La dispersión de colorante empleada en este ejemplo se obtiene por el método descrito en el ejemplo 15, usando una cantidad igual del colorante azul.

15. EJEMPLO 18

Una pieza de género de algodón Indian Head blanqueado se impregna a través de una mezcla que comprende:

20.	Dispersión de la sal disódica del ácido 1-(diclorotriazinilamino)7-fenilazo-8-naftol-3:6-disulfónico	10 partes
	Dispersión de bicarbonato sódico	10 partes
	Percloroetileno	80 partes
25.		<hr/> 100 partes

y el género se pasa entonces a través de rodillos. El género se seca, se trata luego con vapor durante 15 minutos a 100°C y finalmente se lava en una solución acuosa diluída de jabón a 100°C. Se obtiene un teñido uniforme rojo de excelentes propiedades de solidez en húmedo.

30.

392823



5. La dispersión de colorante se obtiene moliendo con bolas, durante 16 horas, una mezcla de 10 partes del colorante, 0,75 partes del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 90 partes de percloroetileno.

La dispersión de bicarbonato sódico se obtiene moliendo con bolas, durante 16 horas, una mezcla del producto de poliurea preparado como se describe en el ejemplo 8 y 88 partes de percloroetileno.

10. En lugar de las 10 partes de la dispersión de bicarbonato sódico empleada en el ejemplo 18, se utilizan 10 partes de una dispersión de carbonato sódico o 10 partes de una dispersión de hidróxido sódico, obteniéndose unos tejidos rojos similares.

15. Las dispersiones de carbonato sódico e hidróxido sódico se preparan de forma análoga a la dispersión de bicarbonato sódico.

EJEMPLO 19

20. Una pieza de género de algodón Indian Head blanqueada, se impregna a través de una mezcla que comprende:

Dispersión de colorante del ejemplo 15	16 partes
Dispersión de carbonato sódico del ejemplo 18	36,4 partes
Dispersión de urea	291 partes
25. Percloroetileno	20 partes
	363,4 partes

y el género se pasa entonces entre rodillos, de modo que aquél retiene 1,6 veces su peso de la mezcla anterior. El género se seca y se cuece entonces durante 1 minuto a 200°C.

30. El género se lava luego en una solución acuosa diluída de



jabón y se seca ulteriormente. Se obtiene un tejido uniforme escarlata de excelentes propiedades de solidez en húmedo.

- 5. La dispersión de urea se obtiene moliendo con bolas, durante 16 horas una mezcla de 200 partes de urea, 12 partes del producto de poliurea preparado a partir de Armeen 2S, como se describe en el ejemplo 2, y 538 partes de percloroetileno.

EJEMPLO 20

- 10. Una pieza de género de tereftalato de polietileno se impregna a través de una mezcla de 25 partes de una dispersión de 3-metil-4-[6'-tiocianobenzotiazol-2'-ilazo]-N:N-di(β -acetoxietil)anilina y 475 partes de percloroetileno. El género se seca y se cuece luego durante 1 minuto a 200°C. El género se enjuaga entonces en una emulsión que comprende 10 partes de agua, 10 partes de dietanolamida de aceite de coco y 980 partes de percloroetileno, secándose finalmente. Se obtiene un tejido uniforme rojo sólido al lavado, al roce y a 16 horas una mezcla de 100 partes del colorante, 6,25 partes del producto de poliurea preparado como se describe en el ejemplo 1 y 894 partes de percloroetileno.

- 25. Se obtiene un tejido azul si el colorante usado en este ejemplo se reemplaza por una cantidad igual de 2-acetilamino-4-[N- β -metoxietoxicarbonil)etilamino]-5-metoxi-2':4'-dinitro-6'-cloroazobenceno.

EJEMPLO 21

- 30. Una pieza de género de punto de nylon 66 se impregna a través de una mezcla de 16,7 partes de una dispersión de la sal sódica del ácido 1-fenil-3-metil-4-[2'-



ácido p-aminobenzóico por el procedimiento descrito en el ejemplo 9 de la memoria británica N° 1.108.261, excepto que el ácido p-nitrobenzóico se reemplaza por una cantidad equivalente de ácido p-aminobenzóico. Se obtiene un tejido azul uniforme.

5.

NOTA

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Inglaterra con fecha y número siguientes: 18 de agosto de 1969, n° 41059/69; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: Procedimiento para teñir materiales poliméricos; caracterizándose por lo siguiente:

10.

15.

20. 1.- Procedimiento para teñir materiales poliméricos, caracterizado porque comprende las etapas sucesivas de tratar el material polimérico con una dispersión desfloculada estable en un líquido orgánico de una materia colorante en fino tamaño de partícula y separar el líquido orgánico, calentándose el material polimérico simultáneamente con el tratamiento con la dispersión o después de éste.

25.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido orgánico es un hidrocarburo alifático halogenado.

30. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2,

382823



caracterizado porque el líquido orgánico es percloroetileno.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la dispersión desfloculada estable de la materia colorante en el líquido orgánico contiene un agente desfloculante que es al menos parcialmente soluble en el líquido orgánico.

5.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el agente desfloculante es una poliurea que está esencialmente libre de grupos amino básicos y que contiene al menos dos grupos urea y al menos dos grupos alquilo, alqueniilo o alcapolienilo cada uno de los cuales contiene como mínimo 8 átomos de carbono.

10.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material polimérico es acetato de celulosa, triacetato de celulosa, material sintético de poliamida o poliéster y la materia colorante es un colorante disperso.

15.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el material polimérico es un material de poliacrilonitrilo modificado y la materia colorante es un colorante catiónico.

20.

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el material polimérico es una celulosa, poliamida natural o poliamida sintética, y la materia colorante es un colorante ácido, colorante directo o colorante reactivo.

25.

9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el proceso de teñido se lleva a cabo por teñido discontinuo.

30.

10.- Procedimiento para teñir materiales po-

382823

- 9 OCT 1970



liméricos; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 26 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 9 OCT. 1970

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

A. GOMEZ ACEBO Y MODER

En su Fianza: F. Hernández P.