

384251

CAS 1a-3175/GC 426



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>D 0 6</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 LA FIJACION DE COLORANTES REACTIVOS
ALCALINOS", a favor de la firma suiza AGRIPAT, S.A., resi-
dente en BASILEA (Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a un nuevo procedimiento de teñir y estampar materiales de celulosa o de celulosa regenerada o sus mezclas con colorantes reactivos alcalinos tingibles. Se refiere en especial a un procedimiento de fijación electrolítica.

5.

Varios colorantes reactivos se fijan con álcalis tal como bicarbonato sódico, carbonato sódico, sosa cáustica, o fosfato trisódico. Es bien conocido que la presencia de tales álcalis ocasionará hidrólisis y por consiguiente decrece-
rá la estabilidad de las soluciones colorantes y las pastas

10.



384251

de estampar.

- Se han probado varios caminos para vencer esta desventaja. Esencialmente todos estos consisten en mantener la solución alcalina separada de la solución colorante lo más posibles antes de teñir o estampar. Una forma para soslayar la hidrólisis de colorantes reactivos es utilizar dos baños. Un ejemplo es el procedimiento de doble fular o de dos baños. De acuerdo con este procedimiento, el tejido es primeramente fulardeado o estampado con una solución alcalina o pasta alcalina y luego exprimido, fulardeado o estampado tras secado intermedio, con una solución colorante o pasta de estampar que contiene colorante reactivo. A la inversa, se aplica primero el colorante y luego el álcali tras un secado intermedio.
- 5.
- 10.

- Otra forma de soslayar la hidrólisis de colorantes reactivos consiste en mezclar el colorante y la solución alcalina brevemente antes del uso mediante la ayuda de un dispositivo mezclador tal como bombas mezcladoras o medidoras. Este método no puede prevenir una hidrólisis inicial de los componentes mezclados en el fular, especialmente en grandes tinajas, si se utilizan colorantes altamente reactivos y álcalis fuertes. Otra desventaja de utilizar álcalis en teñir y estampar con colorantes reactivos descansa en el efecto nocivo de los álcalis en colorantes dispersados cuando se tiñe o estampa junto con mezclas de poliéster/algodón.
- 15.
- 20.

- La presente invención proporciona ahora un procedimiento perfeccionado para la fijación de colorantes reactivos que tiñen en forma alcalina sobre material celulósico fibro-
- 25.

384251



- so o celulósico regenerado o sus mezclas. Comprende contactar el citado material con una solución acuosa que contiene colorante reactivo que tinte en forma alcalina y una sal alcalina, especialmente una sal de metal alcalino tal como una
5. sal de sodio o de potasio, por ejemplo acetato sódico o propionato sódico, o con una sal alcalina de un ácido colorante reactivo que tinte en forma alcalina y contactar subsiguientemente el citado material con electrodos y pasar una corriente eléctrica continua a través del citado material y si es necesario
10. tras tratar el citado material por aireado, vaporizado, curado, o almacenado durante de 1 a 24 horas.

- La presente invención evita la necesidad de un segundo baño de color como se utiliza en el procedimiento de doble fular o de dos baños. Las ventajas de la presente invención residen en parte en el método simplificado y en evitar la migración ocasionada por el secado intermedio como se precisa en el método de dos baños y en la estabilidad altamente incrementada de las soluciones de teñido comparadas con las soluciones de teñido de los métodos de un baño.
- 15.

20. El procedimiento de la invención puede realizarse al contactar, por ejemplo, material exprimido, fulardeado, o estampado y contactar el material húmedo así tratado con electrodos como se muestra por ejemplo en los dibujos y al pasar a su través corriente eléctrica continua.

25. En los dibujos que se acompañan, se ilustran varias disposiciones de electrodos que se pueden utilizar en el procedimiento de la presente invención:

64773

384251



La figura 1 muestra un par de electrodos en forma de rodillos.

La figura 2 muestra un par de electrodos que comprenden un rodillo y una placa.

5. La figura 3 muestra un dispositivo que comprende dos pares de electrodos, comprendiendo cada par un bloque y un rodillo situado en un lado del material.

La figura 4 ilustra el uso de dos pares de rodillos con corriente continua inversa.

10. La figura 5 ilustra el uso de cintas sin fin como electrodos.

La figura 6 muestra una disposición, en la que pares de electrodos, que comprenden cada uno dos rodillos, se sitúan sobre cada lado del material a ser teñido.

15. La figura 7 ilustra el uso de un par de electrodos que comprenden un rodillo y cinta.

La figura 8 ilustra la disposición de dos pares de electrodos en el que los electrodos se mueven más que el material.

20. La figura 9 muestra un dispositivo de tinción en el que los rodillos exprimidores a continuación del fular son al propio tiempo un par de electrodos.

La figura 10 ilustra el uso de un par de placas con dibujos como electrodos en un proceso de estampado discontinuo.

- 25.

La figura 11 ilustra un dispositivo de estampado que emplea un par de electrodos que consta de un lápiz y una pla-

384251



ca.

La figura 12 muestra un dispositivo que comprende dos pares de electrodos que consta cada uno de un par de bloques sobre cada lado del material.

5. La figura 13 ilustra un dispositivo de tinción en el que el cátodo es un metal líquido a través del cual pasa el material a ser teñido y los rodillos mostrados son los ánodos.

- La figura 14 ilustra un baño de tinción que tiene rodillos exprimidores en cada lado del fular cuyo rodillos sirven como los electrodos y el material a ser teñido marcha en direcciones alternantes.
- 10.

- En cada caso, A y A', representa los ánodos, y B y B' los cátodos. A y B o A' y B' son respectivamente pares de electrodos de la misma corriente eléctrica continua, indica el material, indicando la flecha la dirección del movimiento. Las mismas expresiones, par de rodillos o par de bloques o en general par de electrodos, etc, cuando se utilizan en la descripción significa que uno de los rodillos, bloques, electrodos, etc. es un ánodo y el otro es un cátodo.
- 15.

20. Los electrodos pueden contactar el material a ser teñido en el mismo lado como se muestra en las figuras 3, 6, 12 y 13 o en lados diferentes como se muestra en las figuras 1, 2, 4, 5, 7, 8, 9, 10, 11 y 14.

25. Durante el procedimiento de fijación, el ánodo y el cátodo pueden permanecer sin cambio o pueden cambiarse al cambiar la dirección de la corriente. Asimismo es posible dejar pasar el material fulardeado, exprimido o estampado a través

6773

384251



de los dos pares de electrodos que no se han cambiado pero en direcciones inversas como se muestra en las figuras 4 y 8.

Si la corriente que pasa a través del material a ser teñido se cambia o si el dispositivo tiene dos pares de electrodos in-

5. versos, se obtiene una mejor fijación del colorante particularmente en tejidos gruesos. El material fulardeado, exprimido o estampado puede ser contactado por los electrodos después de pasar los rodillos exprimidores del fular. Tales electrodos se muestran en las figuras 1 a 8 y 10 a 13. Sin embargo los rodillos para el exprimido se puedan asimismo combinar en los electrodos como se muestra en las figuras 9 y 14. Los electrodos deben aislarse entre sí y del suelo. Se realizan de o cubiertos con, por ejemplo, hierro, acero inoxidable, cobre, níquel, cobalto, cromo, estaño, latón, grafito, carbón, etc., y pueden ser por ejemplo placas con formas diferentes, bloques, rodillos, cintas sin fin, varillas, barras, lápices, metales líquidos, etc.
- 10.
- 15.

- Será evidente por los entendidos en el arte que los cambios en cualquiera de las variables del procedimiento tendrán efectos sobre las otras variables. Por ejemplo, el tiempo de detención del material a ser teñido entre el par de electrodos, el tipo particular de colorante reactivo, la sal alcalina, las concentraciones en el material, el material a ser teñido y la temperatura empleada y la potencia de corriente, deben tomarse todos ellos en consideración. Sin embargo, con muy poca experiencia en la práctica del proceso de la invención, pueden efectuarse fácilmente estos ajustes por los entendidos
- 20.
- 25.

384251



on el arte.

Bajo tiempo de permanencia del material a ser teñido entre el par de electrodos significa el tiempo en que pasa a través una corriente eléctrica continua. Si este tiempo es

5. corto, por ejemplo el material pasa rápidamente, la intensidad de la corriente debe ser más elevada que si el tiempo para el mismo material bajo por lo demás las mismas condiciones es más largo, por ejemplo el material pasa lentamente. Prácticamente la intensidad de la corriente eléctrica continua utilizada puede ser preferentemente de 0,1 a 500, más preferentemente de 0,5 a 100 amperios. El tiempo de permanencia entre los electrodos puede alcanzar desde una fracción de 1 segundo a un límite superior que se determina solamente por factores económicos, por ejemplo el procedimiento de la presente invención puede trans-
10. currir durante un tiempo largo, pero límites de tiempo superiores típicos son, por ejemplo para el teñido 10 segundos y para el estampado 5 minutos, de preferencia un minuto.

15. Si es necesario, el proceso de fijación de la presente invención puede terminarse al airear el material a través del aire, al vaporizarlo o curarlo.
20.

- El procedimiento de teñido y estampado de la presente invención puede asimismo utilizarse para mezclas que contienen material celulósico fibroso y/o regenerado con otros materiales tal como poliéster. La solidez de los colorantes teñidos o estampados de acuerdo con la presente invención es
25. tan buena como la solidez de los mismos colorantes teñidos o estampados de acuerdo con los procedimientos conocidos.

384251



Bajo materiales fibrosos es de comprender materiales tal como fibras, hilados, hilos, tejidos, y cintas.

Por colorantes alcalinos tingibles en forma reactiva son de comprender colorantes que forman un enlace químico co-

5. valente en presencia de álcalis con celulosa en la forma de un puente de éter o de éster. Tales colorantes reactivos se describen en *Chimia* 1968, Suppl. Marzo páginas 100 a 114, *Angewandte Chemie* 73, páginas 125 a 135 (1961), y *Ullmanns Encyclopaedie der technischen Chemie* 3ª edición, volumen 14, página 615 a 629 (1963).

Ejemplos de colorantes alcalinos tingibles utilizadas de acuerdo con la presente invención son aquellos que tienen los grupos reactivos siguientes:

- 1) $-NR_1 - X (CH_2)_n - Y$ o $NR_1 - X - CH=CH_2$ o
 15. $- X - NR_1 - (CH_2)_n - Y$

en donde $R_1 = H$ o alquilo

$X = CO$ o SO_2

$Y = \text{halógeno}, -OSO_3H, -OH$ o $-[N(R)_3]^+ Z^-$

en donde $R = H$ o alquilo

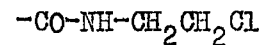
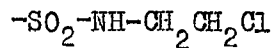
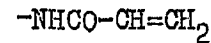
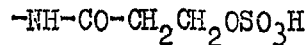
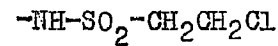
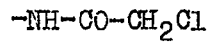
20. $Z = \text{un anión de un ácido tal como un haluro de hidrógeno, ácido sulfúrico o ácido acético,}$

$n = 1$ a 3

Tal como colorantes que contienen los grupos reactivos siguientes:

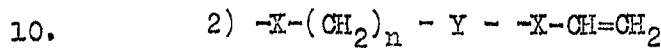
25. $-NH-SO_2-CH=CH_2$ $-NH-SO_2-CH_2-CH_2-OSO_3H$
 $-NH-SO_2-CH_2-CH_2-OH$ $-NH-CO-CH_2-CH_2-Cl$
 $-SO_2-NH-CH_2-CH_2-OSO_3H$ $-NH-CO-CH_2-CH_2-CH_2-Cl$

384251

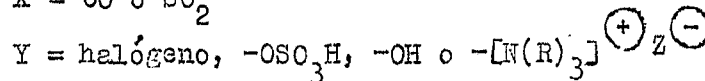


Tales colorantes se exponen en las publicaciones de pa-

- 5. tentes alemanas 1058467, 1082687, 1086366, 1086367, 1086368, 1107356; Patentes británicas 881737, 884714, 885681, 887870, 888582, 890121, 904873, 913768, 915457, 921319, 922829; Patente belga 582317; Patentes francesa 1254601, 1293555, 1370453, 1370454.



en donde X = CO o SO₂



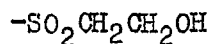
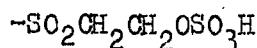
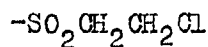
en donde R = H o alquilo y

Z = un anión de un ácido tal como haluro de hidrógeno,

- 15. ácido sulfúrico o ácido acético,

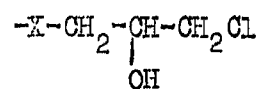
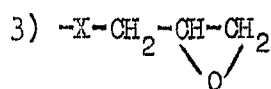
n = 1 a 3

Tal como colorantes que contienen los grupos reactivos siguientes



Tales colorantes se exponen en las patentes alemanas 925121, 946975, 953103, 960354, 966651, y patentes británicas 712037,

- 25. 733471, 913517 y 956801.



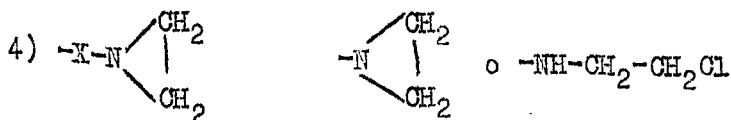
384251



en donde X = O, S, SO₂, alquileo o NR₁ en donde R₁ es hidrógeno o alquilo

Expuesto por ejemplo en las patentes francesas 1228545, 1213093, y patente estadounidense 3009920.

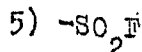
5.



en donde X es SO₂ o CO

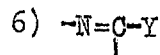
Expuesto por ejemplo en las patentes francesas 1205384, 1206008, y 1217337.

10.



Expuesto por ejemplo en las patentes francesas 1193706, 1192485; patente belga 578517; patente alemana 1052946; y patente británica 824690; H. Zollinger Helv. Chim. Acta 43 1513 (1960)

15.



en donde Y es F, Cl, Br, $\text{-SO}_3\text{H}$, -SO_2 -alquilo, piridilo HZ, $\text{-NR}_3\text{Z}$ o $\text{-NR-NR}_2\text{Z}$

En donde R es hidrógeno o alquilo y Z es F, Cl o Br.

20.

La significación preferida de Y es F, Cl y Br y la más preferida es Cl. Se prefieren heterociclos que contienen los grupos -N=C-Y , especialmente el radical de heterociclos aromáticos de 6 miembros, que contienen de preferencia 2 ó 3 heteroátomos en el anillo.

25.

Si los colorantes contienen varios grupos fibro-reactivos, entonces pueden asimismo utilizarse productos de reacción de tales grupos con radicales orgánicos, particularmente con una amina primaria o secundaria, o un colorante so-

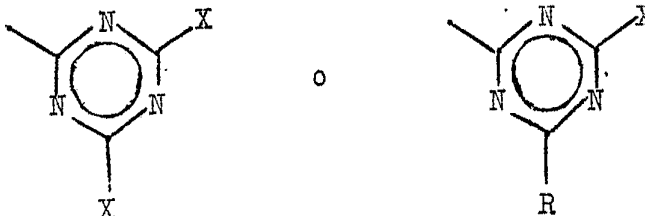
384251



luble en agua, que contiene un grupo amino acilable, o con un compuesto orgánico.

Como ejemplos de heterociclos que contienen los grupos -N=C-Y pueden mencionarse:

- 5. a) Derivados halocianúricos tal como los de la fórmula



- 10. en donde

X es F, Cl o Br y

R es un radical orgánico, tal como un grupo amino primario o secundario o un grupo alcoxi.

Por ejemplo el radical 2,4-dicloro-, 2,4-dibromo-, 2-cloro-,

- 15. o 2-bromo-4-amino-, 2-cloro- o 2-bromo-4-alcoxi inferior-, 4-fenilamino-, 4-(2'- o bien 4'-sulfofenilamino)-, 4-(2',4'- o bien 2',5'-disulfofenilamino)-, 2-cloro-4-[4'',8''-disulfonaftil-2''-a o-(4')]-fenilamino-, 2-cloro-4-[4'',7''-disulfonaftil-2''-azo-(4')]-3'-metil-, 2-cloro-4-(3'-(4''-(4''-sulfofenilazo)-3''-carboxil-5''-pirazolon-1''-il)]-fenilamino- o 2-cloro-4-[3'-(4''-(2'',4''-disulfofenilazo)-3''-carboxil-5''-pirazolon-1''-il)]-fenilamino-1,3,5-triacinil-6.

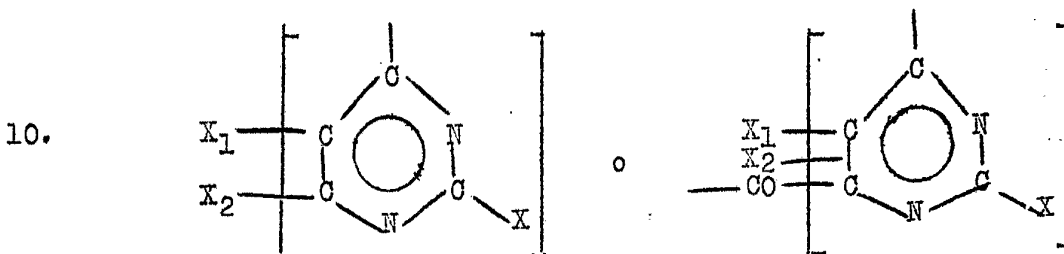
Ejemplos de lo precedente se exponen en las patentes

384251



alemanas 1019025, 1062367, 1066301, 1067149, 1067150, 1076853, 1112225; Publicaciones de patentes alemanas 1045575, 1057707, 1058177; Patentes británicas 772030, 774925, 781930, 614375, 614896, 837035, 847635, 1000206; Patentes francesas 1102317, 1160909, 1178011, 1180975, 1197099, 1201791, 1203404, 1209614, 1210845, 1211086, 1211135, 1212916, 1180975, 1211086, 1180975, 1197099, 1210061, 1210412, 1211135, 1212884, 1213052.

b) Derivados halopirimidílicos tal como los de la fórmula



en donde

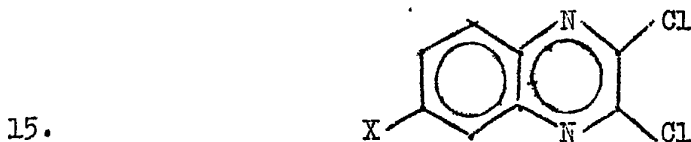
15. X es F, Cl y Br y
 X₁ y X₂ son independientemente, amina primaria o secundaria, CN un grupo alquilcarbonílico, alquí- lico, arílico, sulfonílico, halogencalquílico, F, Cl, Br o hidrógeno
20. tal como el radical de arilamida del ácido 2,4-dicloro-, 2,4- dibromo-, 2,4-difluor-, 2-cloro-4-(2'-sulfo-fenilamino)-, -2-cloro-4-carboxílico, el radical de arilamida, 5-aril-sul- fonilo o 5-bromo-pirimidil-6 de ácido 2-cloro-5-ciano- o bien
25. -5-acetil-, 2,4-difluor-5-cloro-, 2,4,5-tricloro-, 2,4,5-tri- bromo-, 2,4-dicloro-5-ciano-, -5-alquil-, -5-aril-, -5-carboxí-



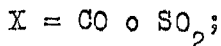
5. lico, así como también derivados del radical pirimidil-5-carbonílico tal como el radical 2-cloro- o bien 2-bromo-pirimidil-5-carbonílico que tiene halógeno ulterior en la posición 4, o un radical 2-cloro- o 2-bromo-pirimidil-6-carbonílico que tiene halógeno ulterior en posición 4 o 4,5, o que tiene un substituyente inerte, por ejemplo un alquilo inferior, halogenoalquilo o dihalogenoalquilo o un grupo de fenilo en una posición y F, Cl o Br en la otra, por ejemplo, el radical 2,4-dicloro-5-metil-pirimidil-6-carbonílico.

10. Ver patente estadounidense 3 433 781; patentes francesas 75 771, 1 221 621; y patente belga 578 933.

(c) Derivados haloquinoxalínicos tal como los de la fórmula:

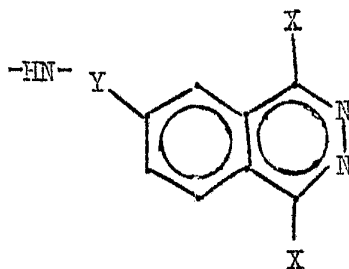


en donde



20. expuesto en las patentes belgas 613586, 614375, 614896; Patentes británicas 995791-6, 996501, 1,019,561, 998358, 993,747, 1,009,193, 1,002,648, 1,009,471, 1,017,609, 1,014,055, tal como un radical 2,3-dicloro-quinoxalin-6-carbonílico o -6-sulfonílico.

25. (d) Derivados de haluro ftalacínico tal como los de la fórmula



5. en donde

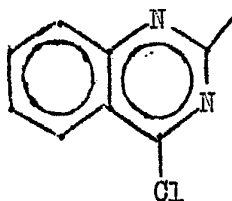
X es Cl o Br o

Y es CO o SO₂

expuesto en la patente británica 1 000 527 y Angew. Chem. 76,
427 (1964) tal como un 1,4-dicloro- o 1,4-dibromo-ftalacin-

10. -6-carbonilo.

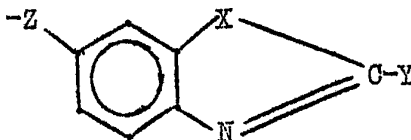
(e) Derivados de quinazolina tal como de la fórmula



15.

expuestos en las patentes británicas 961 088 y 969 116.

(f) Benzotiazoles y benzoxazoles halogenados tal
como los de la fórmula



20.

384251



en donde

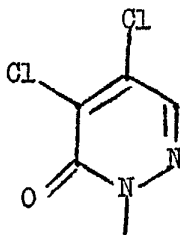
X = O o S

Y = Cl o SO₃H

Z = CO o SO₂

5. tal como el radical de 2-cloro- o 2-sulfo- benzotiazol-6-carbonilo o -6-sulfonilo o el radical de 2-cloro- o 2-sulfo-benzoxazol-6-carbonilo o -6-sulfonilo, expuestos de la patente francesa 1 290 839; patente belga 614896; patentes británicas 1 000 801, 1 015 785 y 1 015 786.

10. (g) Derivados de piridazona halogenados tal como los de la fórmula



15.

expuestos en R. Hensel, Angew. Chem. Engl. Edition 4, 312 (1965), patentes británicas 916 532, 924 660, 946 471, 950 698, y patente belga 592 281.

20. Asimismo se pueden utilizar colorantes que tienen tres grupos fibrorreactivos 6a-6g que contienen en lugar de halógeno un substituyente de amonio que puede eliminarse, por ejemplo un grupo de N-piridinio, N-trialquilamonio o un N-dialquil-hidracinio asimétrico.

25. Tales colorantes se exponen por vía de ejemplo en las patentes británicas 937182, 946998, 950327, 974136, 977561, 982913, 983369, 983517, 985606, 988909, 995502, 995875, 996246,



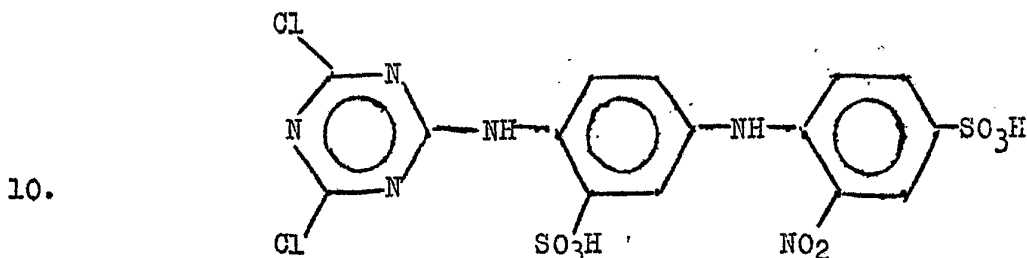
384251

996247, 1,009,188 y 1,009,432.

De acuerdo con la presente invención pueden utilizarse todos los tipos diferentes de colorantes que tienen los grupos reactivos mencionados. Por ejemplo grupo reactivos que contie-

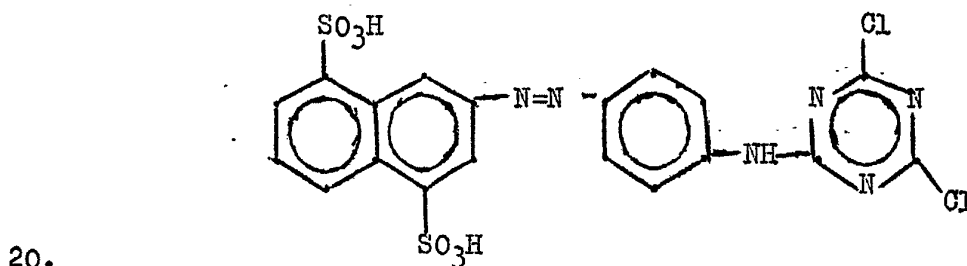
5. nen

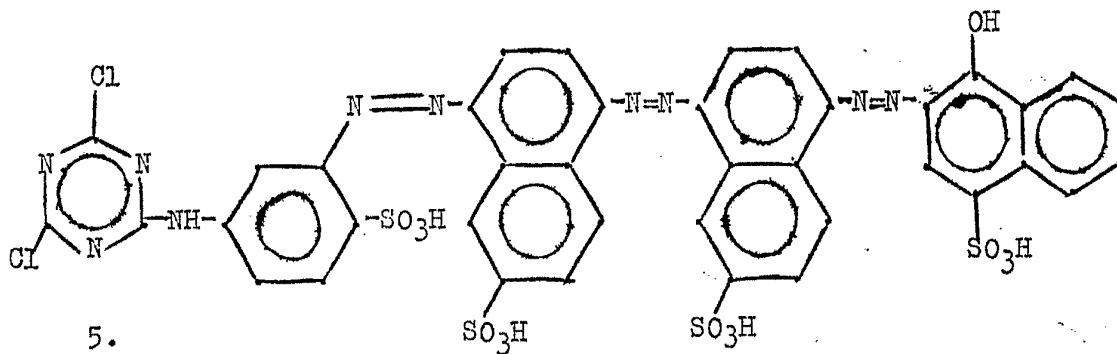
1. Nitrocolorantes tal como los colorantes de la fórmula siguiente



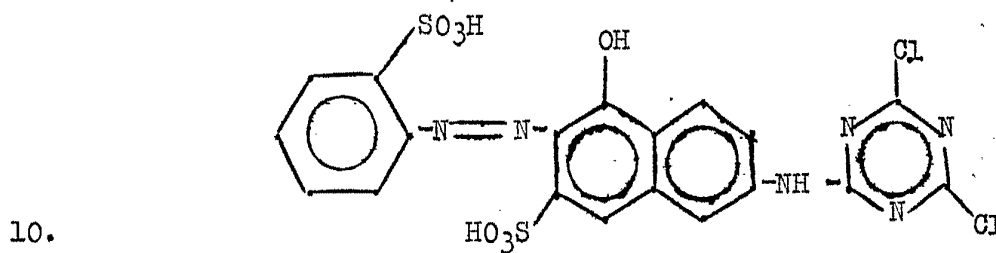
expuesto en la patente belga 558 390.

15. 2. Azocolorantes y los azocolorantes complejos de metal de los mismos tal como los colorantes de las fórmulas

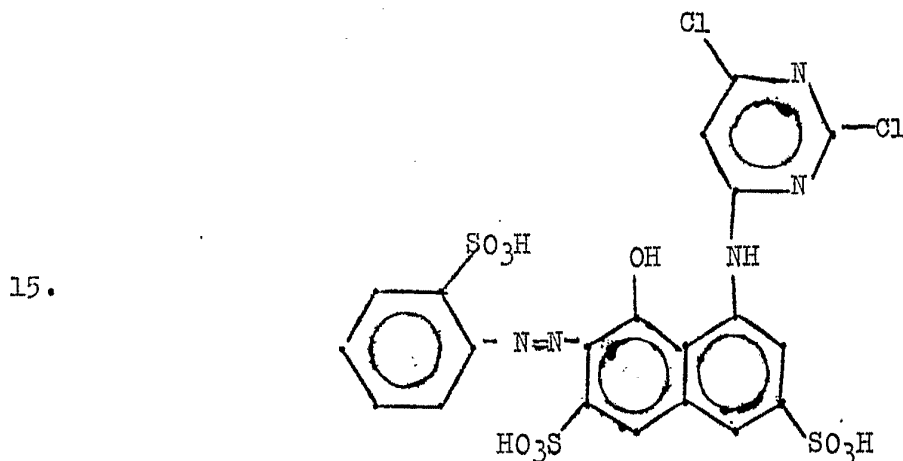




expuestos en las patentes belgas 571 522, 571 570 y 560 791;



expuestos en las patentes alemanas 1 019 025 y 106 236; o

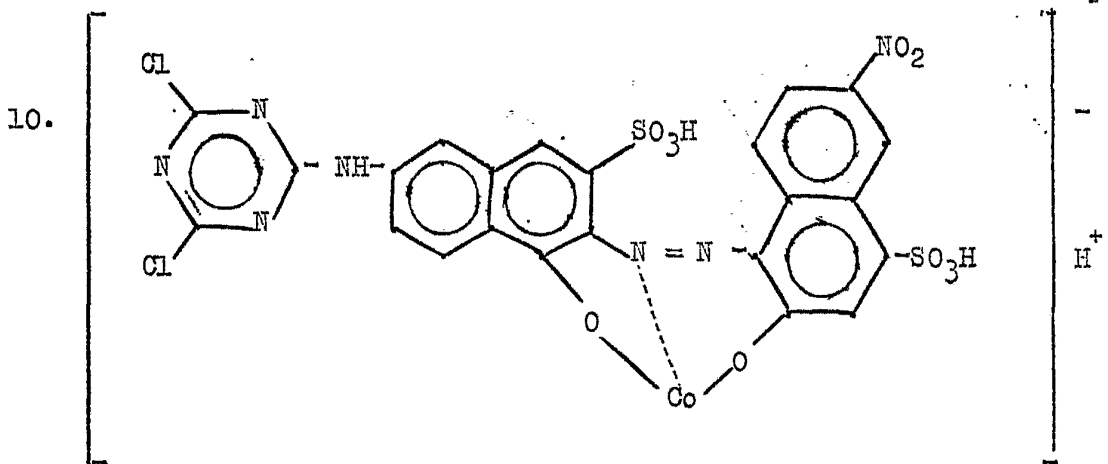
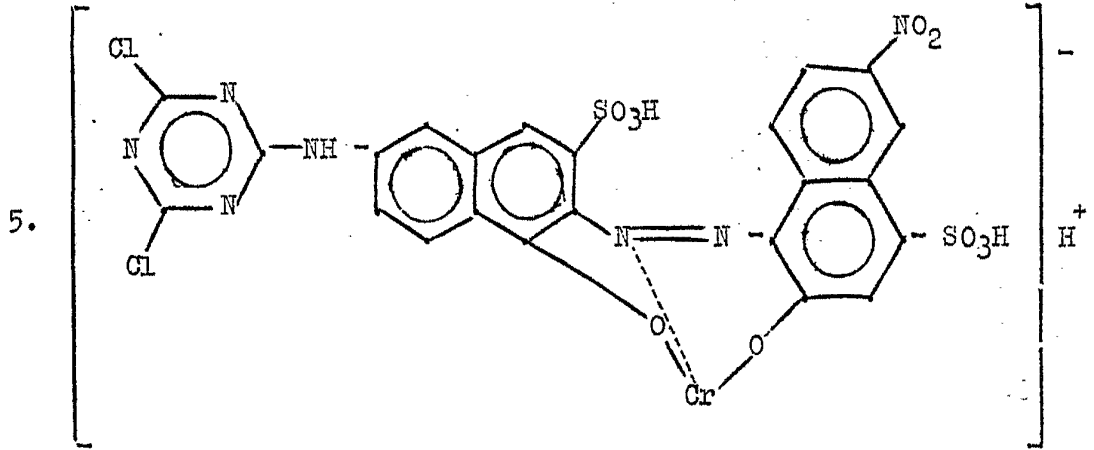


6-7-73

384251

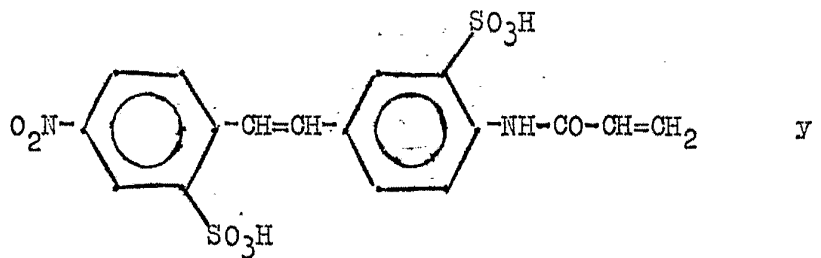


el complejo mixto de

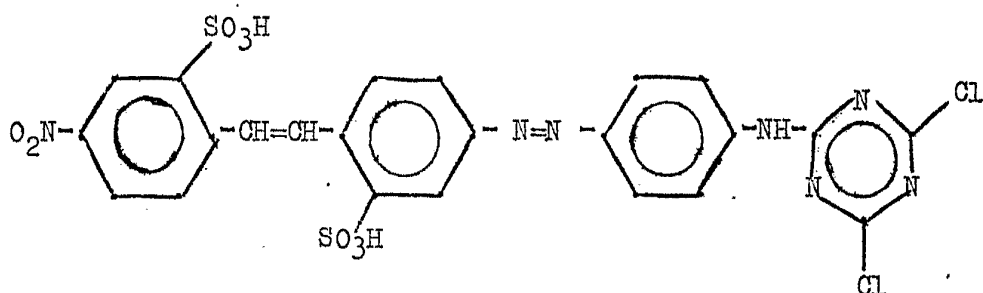


3. Colorantes estilbénicos tal como los colorantes de

15. las fórmulas

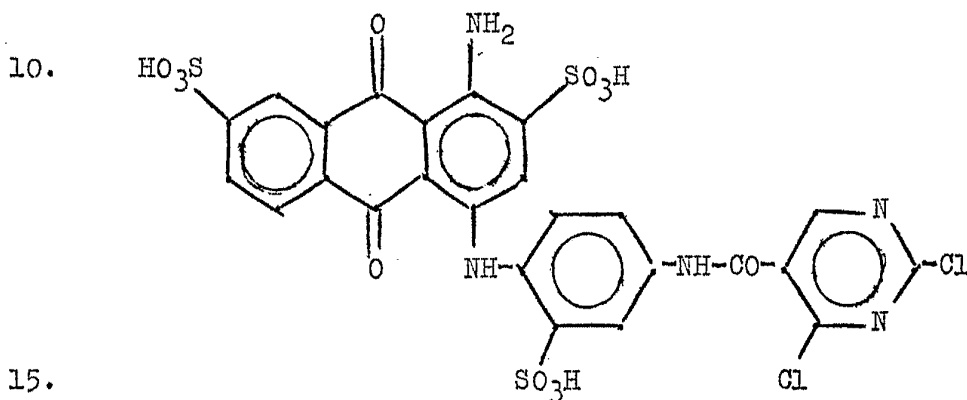


384251

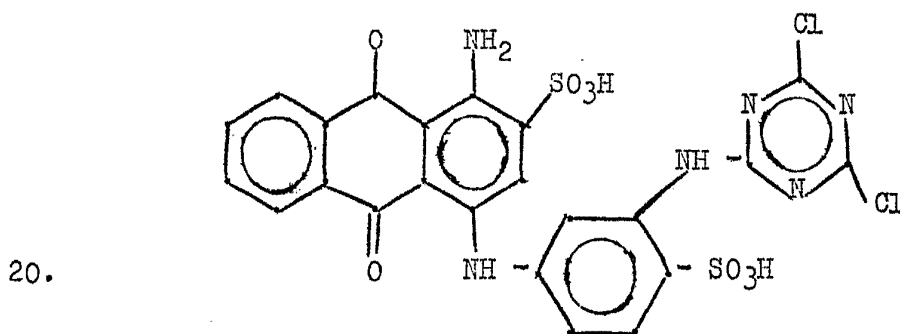


expuesto en la patente británica 828. 353.

4. Colorantes de antraquinona, tal como los colorantes de las fórmulas



y

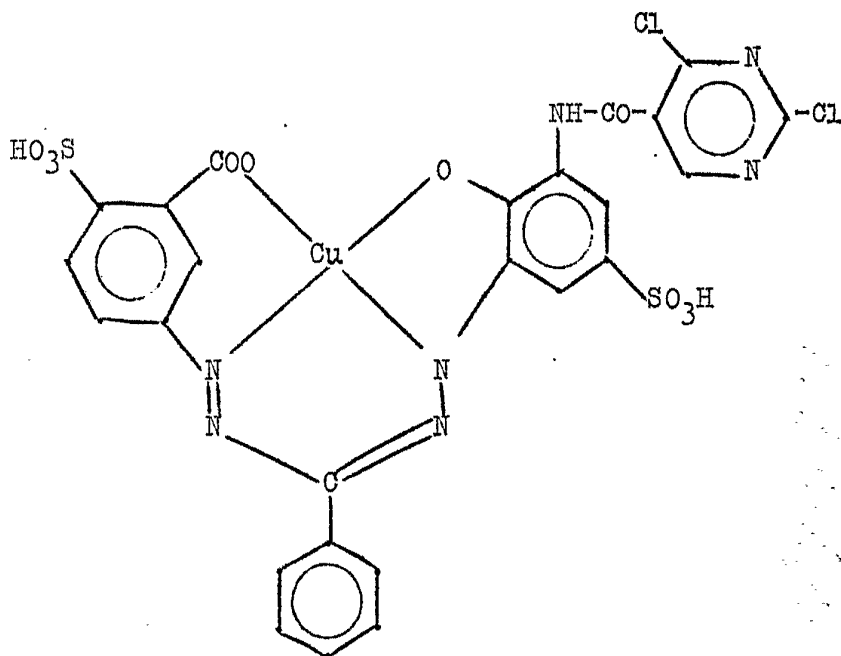


expuestos en la patente estadounidense 3 433 781 y patente bel-

384251



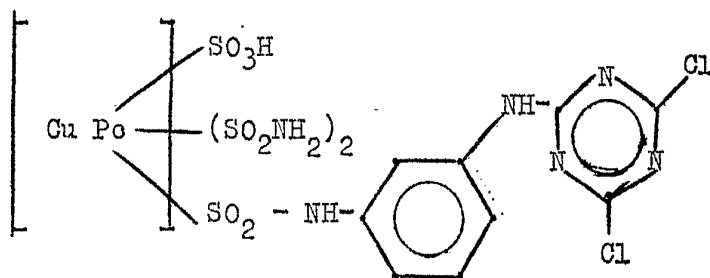
5.



10. expuestos en la patente estadounidense 3 433 781.

6. Colorantes de ftalocianina tal como los de las fórmulas

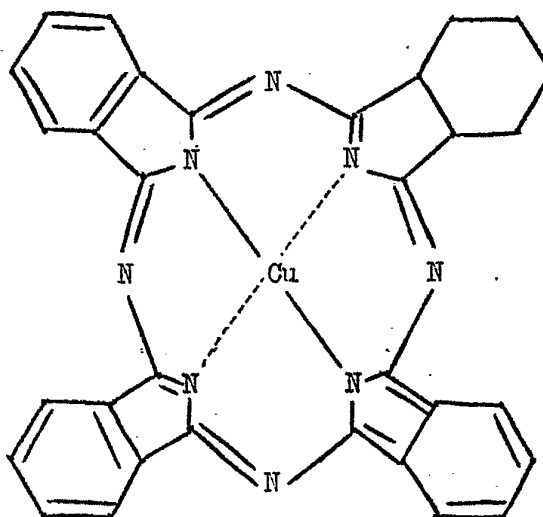
15.



expuestos en las patentes británicas 805.562, 836.647 y patentes francesas 1 172 961 y 1 181 249,



5.



10. Los colorantes indicados que contienen grupos de ácido sulfónico y/o de ácido carboxílico pueden utilizarse en la forma de sus sales alcalinas, precedentemente como sales de sodio o de potasio, más preferidas como sales de sodio, o como ácidos libres. Se aplican preferentemente en concentraciones utilizadas en los procedimientos de teñido conocidos.

15. De acuerdo con la invención puede utilizarse todas las sales alcalinas inorgánicas u orgánicas, acuosolubles. Por ejemplo, acetatos, propionatos, sulfatos, bicarbonatos, formatos, fosfatos, butiratos, acrilatos, malonatos, fumaratos, fenilacetatos, fenilpropionatos, monoésteres de ácidos dibásicos tal como monoésteres de malonatos, succinatos o adipatos
20. y sales alcalinas de ácidos colorantes reactivos. Se utiliza de preferencia de acuerdo con la invención ácidos fuertes y débiles, por ejemplo sulfato, bicarbonato, formatos, acetatos

384251



y propionatos.

- Como se mencionó, las sales alcalinas utilizadas de acuerdo con la invención pueden ser asimismo sales de ácidos colorantes reactivos. Algunas veces pueden ser idénticas a los colorantes utilizados es decir en lugar de una solución que contiene un colorante alcalino tingible en forma reactiva y una sal alcalina, puede aplicarse una solución que contiene solamente una sal alcalina de un colorante alcalino tingible en forma reactiva. Preferentemente se utiliza 1 mol de equivalente de sal alcalina por un mol de colorante reactivo. Si el colorante reactivo contiene grupos de ácido libre, se utiliza de preferencia por lo menos un mol adicional de equivalente de sal alcalina por cada mol de equivalente de ácido. Puede utilizarse un gran exceso de sal alcalina. El límite superior es el límite de la solubilidad de la sal alcalina en la solución de teñido o de estampado. Bajo un mol de equivalente de ácido se comprende un mol de colorante reactivo que tiene grupos de ácidos libres divididos por el número de grupos de ácido por molécula. Bajo un mol de equivalente de sal alcalina se entiende un mol de sal alcalina dividido por el número de átomos de álcali por molécula.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- La solución acuosa de un colorante alcalino tingible en forma reactiva y de una sal alcalina se utiliza comúnmente en la gama de pH por debajo de 8, de preferencia de 6 a 8, más preferentemente a aproximadamente 7. Si la solución contiene sales de ácidos débiles y por consiguiente es alcalina, la solución se ajusta de preferencia al pH de 6 a 8 mediante
- 25.



adición por ejemplo de ácido acético. Bajo ácidos débiles se comprende en la presente solicitud ácidos que forman sales alcalinas que tienen una solución acuosa a un pH superior a 8, y bajo ácidos fuertes se comprende aquellos que forman sales

5. alcalinas que tienen en solución acuosa un pH inferior a 6.

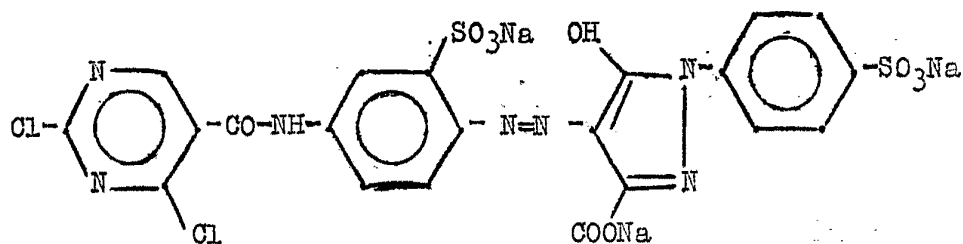
La solución acuosa de un colorante alcalina tingible en forma reactiva y sal alcalina que tiene un pH inferior a 6 puede utilizarse asimismo de acuerdo con la invención, pero esta gana no es una preferida a causa de que la tingibilidad es menos

10. eficiente en comparación con la tingibilidad en la zona de pH de 6 a 8 bajo por los demás las mismas condiciones. Debe evitarse una solución acuosa de un colorante alcalino tingible en forma reactiva y sal alcalina que tiene un pH superior a 8 ya que este pH tiene un efecto perjudicial sobre la estabilidad de diversos colorantes.
- 15.

Los ejemplos siguientes servirán para tipificar ulteriormente la naturaleza de la presente invención pero siendo meramente realizaciones representativas, estos ejemplos no deben interpretarse como una limitación de la misma.

20. EJEMPLO 1

Un tejido de algodón mercerizado se fulardea con una solución acuosa de fulardeado tamponada con ácido acético a pH de 7 y que contiene 30 g/l del colorante de la fórmula



5. 30 g/l de acetato sódico y 2 g/l de la sal sódica del ácido 1,7-tri-isobutil-naftalen-3-sulfónico. La absorción es de 90% en peso. El material fulardeado y aún húmedo se pasa luego a través de dos rodillos metálicos como se muestra en la figura 1. Los rodillos son de acero cromado y se conectan con una fuente de corriente continua eléctrica de 12 voltios y 8 amperios. La velocidad del material es de 1 yarda/minuto. Luego el material se oreo en el aire durante 30 segundos, se enjuaga y lava.
- 10.

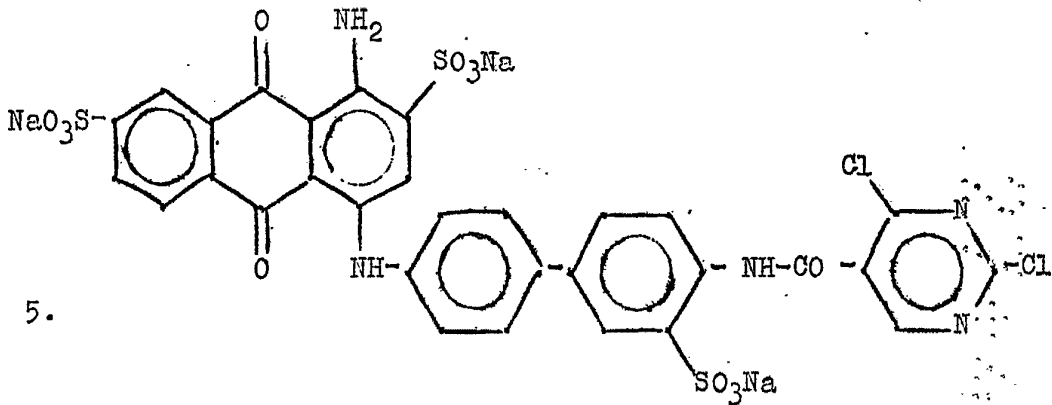
Resulta una tinción amarillo pura con las mismas propiedades que si se hubiese teñido por métodos usuales con álcalis tal como teñido por vaporización, teñido por choque de álcalis, teñido por fijación húmeda, teñido seco o teñido por termosol.

15.

EJEMPLO 2

Un tejido de algodón mercerizado se fulardea con una solución acuosa de fulardeo que contiene 20 g/l del colorante de la fórmula

20.



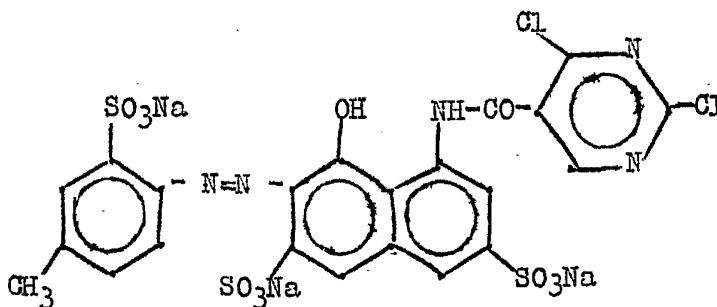
10 g/l de acetato sódico y 2 g/l de la sal sódica del ácido 1,7-tri-isobutil-naftalen-3-sulfónico. La absorción es de 85% en peso. El material fulardeado y aún húmedo se prensa luego en una placa de acero conectada con el polo positivo de una fuente de corriente eléctrica continua de 6 voltios y 6 amperios y luego se escribe sobre él con un lápiz de acero conectado con un polo negativo de la misma fuente de corriente continua como se muestra en la figura 11, que tiene una velocidad de 0,25 pulgadas/segundo. La escritura se revela tan pronto como el lápiz está en contacto con el tejido. Luego el material se orea en el aire durante 30 segundos, se enjuaga y lava.

Se obtiene una escritura azul brillante.

EJEMPLO 3

20. Se fulardea un tejido de algodón mercerizado con una solución acuosa de fulardeo que contiene 25 g/l del colorante de la fórmula

384251

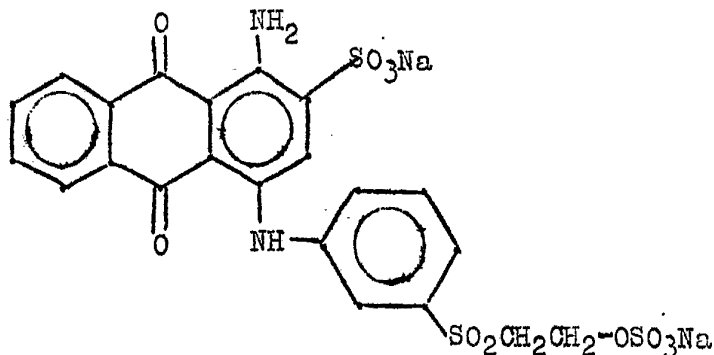


5. 20 g/l de propionato sódico y 2 g/l de la sal sódica del ácido 1,7-tri-isobutil-naftalen-3-sulfónico. La absorción es del 65% en peso. Los rodillos de fulardeo como se muestra en la figura 9 están conectados con una fuente de corriente continua de 12 voltios y 40 amperios. La velocidad del material es de 20 yardas/minuto. Luego el material se orea en el aire durante 30 segundos, se enjuaga y lava.

Se obtiene un rojo intenso que tiene las mismas propiedades de solidez que si se tiñe por métodos convencionales.

EJEMPLO 4

15. Se fulardea un tejido de algodón mercerizado con una solución acuosa de fulardeo que contiene 35 g/l del colorante de la fórmula



20.

384251



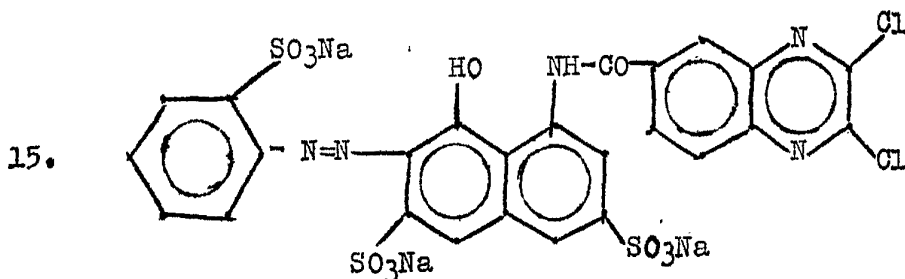
35 g/l de acetato sódico, 2 g/l del producto de adición de 1 mol de nonilfenol y 12 moles de óxido de etileno. La absorción es de 90% en peso. El material fulardeado y aún húmedo se pasa luego a través de cintas como se muestra en la figura

5. Las cintas son de acero cromado y se conectan con una fuente corriente continua de 6 voltios y 24 amperios. La velocidad del material es de 10 yardas/minuto. Luego el material se vaporiza durante 1 minuto a 205° F, se enjuaga y lava.

Se obtiene un matiz azul brillante.

10. EJEMPLO 5

Un tejido de algodón mercerizado se fulardea con una suspensión acuosa de fulardeo que contiene 40 g/l de un colorante de la fórmula



20. 30 g/l de acetato sódico y 2 g/l del producto de adición de 1 mol de nonilfenol con 12 moles de óxido de etileno. La absorción es de 85% en peso. El material fulardeado y aún húmedo se pasa luego a través de un dispositivo que consta de un rodillo y una placa como se muestra en la figura 2. El rodillo que es de acero cromado se conecta con el polo positivo y la placa que es de cobre cromado se conecta con el polo negativo

384251



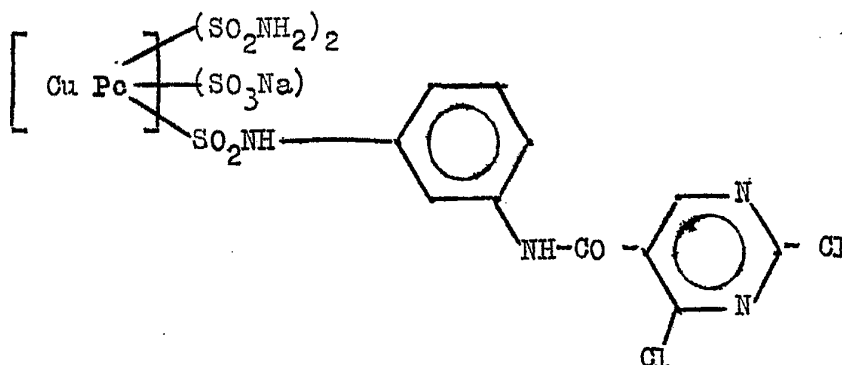
de una fuente de corriente continua de 24 voltios y 100 amperios. La velocidad del material es de 40 yardas/minuto. Luego se tiñe el material durante 1 minuto a 220° F y se termofija durante 1 minuto a 300° F.

- 5. Se obtiene un matiz rojo brillante.

EJEMPLO 6

Un tejido que consta de una mezcla de algodón/viscosa 65/35 se fulardea con una solución acuosa que contiene 20 g/l del colorante de la fórmula

10.



15.

cuyo colorante se prepara de acuerdo con el ejemplo 123 de la patente estadounidense 3 433 781, 25 g/l de acetato de sodio y 2 g/l de la sal metálica de sodio de ácido 1,7-tri-isobutil-naftalen-3-sulfónico. La absorción es del 65% en

- 20. peso. El material fulardeado y aún húmedo se pasa luego a través de dos pares de rodillos metálicos que tienen corrientes inversas como se muestra en la figura 4. Los rodillos son de latón cromado y se conectan con una fuente de corriente continua de 24 voltios y 50 amperios. La velocidad del material



es de 20 yardas/minuto. Luego el material se arrolla, se deja durante 5 horas a temperatura ambiente, se enjuaga y lava.

Se obtiene un matiz turquesa brillante.

EJEMPLO 7

5. Se fulardea un tejido de algodón mercerizado con una solución acuosa de fulardeo que contiene 20 g/l del colorante del ejemplo 1, 25 g/l de acetato sódico y 10 g/l del colorante del ejemplo 6 y 2 g/l de la sal sódica del ácido 1,7-tri-isobutil-naftalen-3-sulfónico. La absorción es de 80% en peso.
10. El material fulardeado y aún húmedo se contacta luego con una placa positiva y se estampa un dibujo durante 6 segundos mediante una placa negativa como se muestra en la figura 10. Las placas son de acero inoxidable y se conectan a una fuente de corriente continua de 6 voltios y 8 amperios. Luego el material se enjuaga y lava.
- 15.

Se obtiene una muestra de matiz verde brillante.

EJEMPLO 8

20. Un tejido de algodón mercerizado se fulardea de acuerdo con el ejemplo 7 pero se estampa durante 2 segundos en lugar de 6 segundos, y se estampa durante 2 segundos ulteriores con los polos invertidos.

Se obtiene una impresión reluciente y el material es penetrado a fondo.

EJEMPLO 9

25. Un tejido de algodón mercerizado se tiñe de acuerdo con



el procedimiento del ejemplo 1, pero se utilizan 20 g/l de formato sódico en lugar de 30 g/l de acetato sódico.

Se obtiene un matiz amarillo.

EJEMPLO 10

5. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado de acuerdo con el procedimiento del ejemplo 1, pero se utilizan 10 g/l de bicarbonato sódico en lugar de 30 g/l de acetato sódico.

Resulta un matiz amarillo que tiene muy buena solidez al agua y al lavado.

10. EJEMPLO 11

Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1, pero se utilizan 15 g/l de sulfato disódico en lugar de 30 g/l de acetato sódico.

Se obtiene un matiz amarillo brillante.

15. EJEMPLO 12

20. Se fulardea un hilo de algodón mercerizado con un licor acuoso de fulardeo que contiene 20 g/l del colorante del ejemplo 2, 10 g/l de acetato sódico y 2 g/l de la sal sódica del ácido 1,7-triisobutil-naftalen-3-sulfónico. La absorción es del 90% en peso. El material fulardeado y aún húmedo se pasa luego a través de dos pares de rodillos como se muestra en la figura 6. Los rodillos son de acero cromado y se conectan con una fuente de corriente continua de 12 voltios y 50 amperios. Luego el material es aireado en el

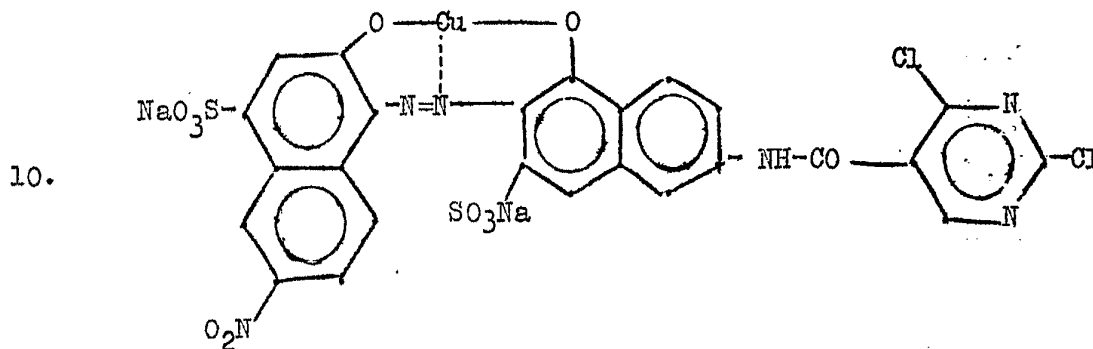


aire durante 30 segundos, enjuagado y lavado.

Se obtiene un matiz azul reluciente de buena solidez.

EJEMPLO 13

5. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1, pero con un colorante de la fórmula siguiente:



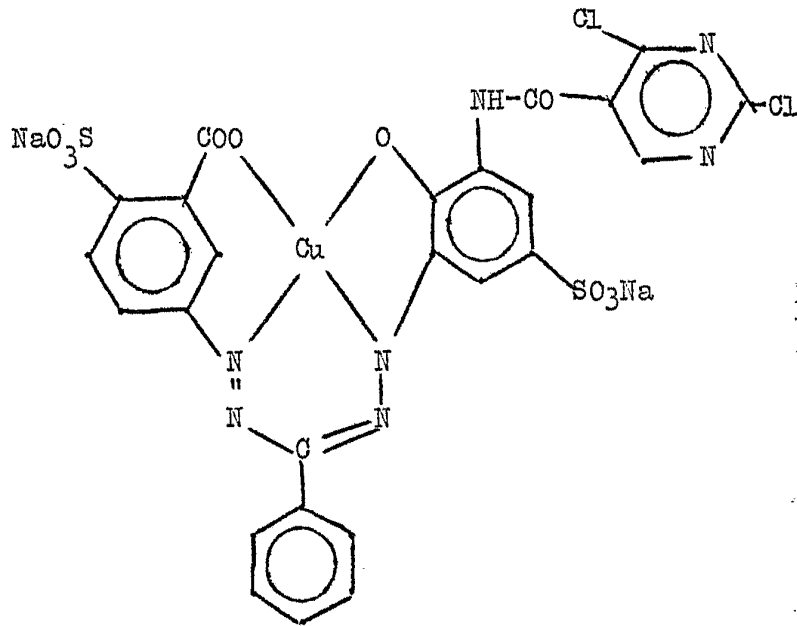
Se obtiene un matiz completamente azul.

EJEMPLO 14

15. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1 pero con un colorante de la fórmula siguiente



5.

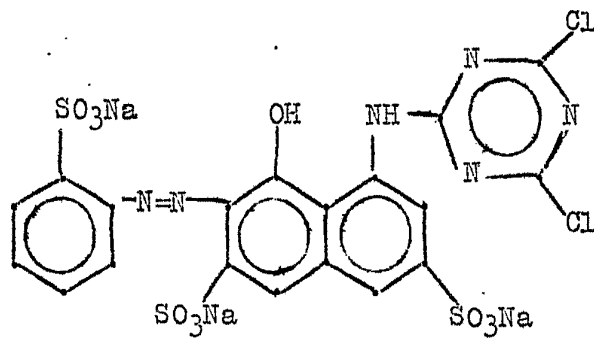


10. Se obtiene un matiz azul que tiene buena solidez al agua y al lavado.

EJEMPLO 15

Se tiñe un tejido de algodón mercerizado, según el procedimiento del ejemplo 4 pero se utiliza el colorante de la fórmula siguiente

15.



Se obtiene un matiz rojo profundo.

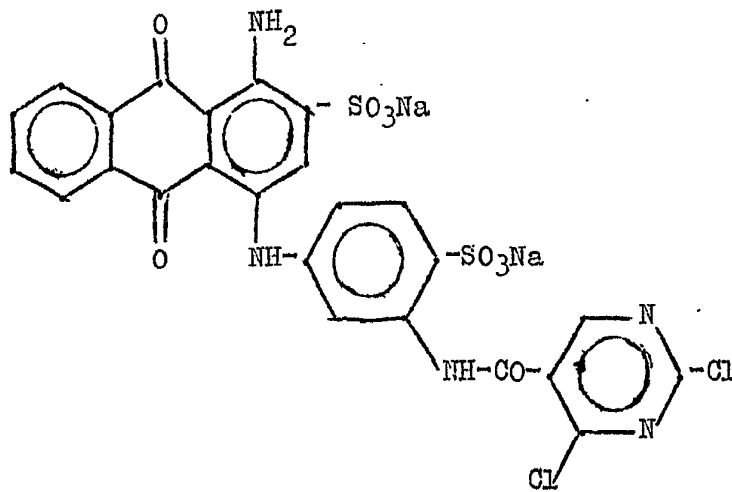
384251



EJEMPLO 16

Se tñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4 pero con un colorante de la fórmula siguiente

5.

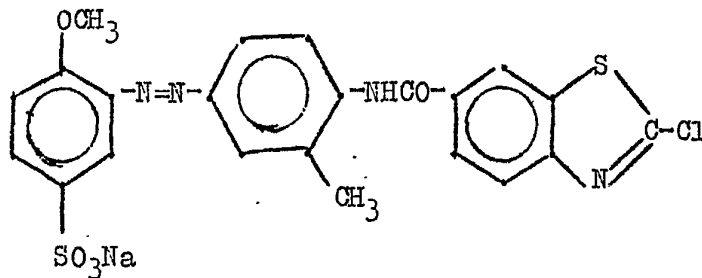


10. y utilizando el acetato potásico en lugar del acetato sódico.
Se obtiene un matiz azul brillante.

EJEMPLO 17

Se tñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4 pero con un colorante de la fórmula siguiente

15.



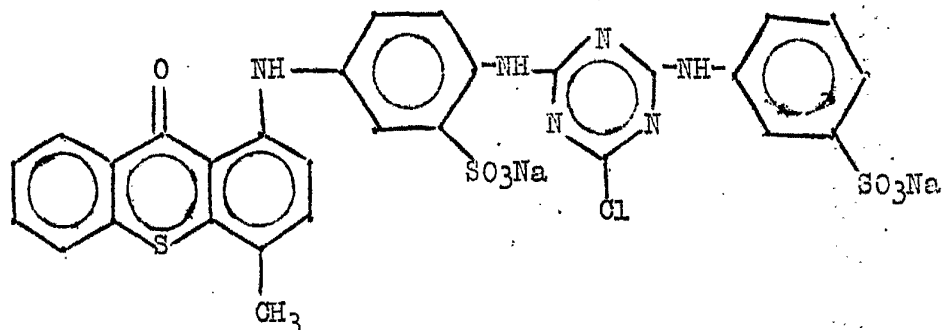
20.



Se obtiene un matiz amarillo que tiene propiedades buenas de solidez.

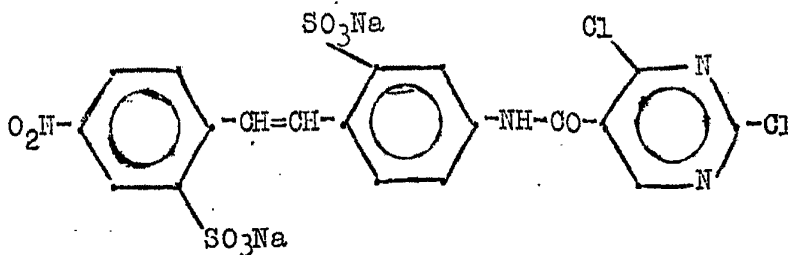
EJEMPLO 18

5. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado, según el procedimiento del ejemplo 4 pero con un colorante de la fórmula siguiente



EJEMPLO 19

15. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4 pero con un colorante de la fórmula siguiente



20. Se obtiene un matiz amarillo.

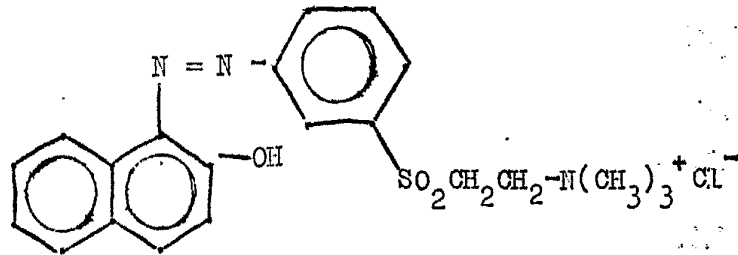
384251



EJEMPLO 20

Se tifie un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4 pero con un colorante de la fórmula siguiente

5.

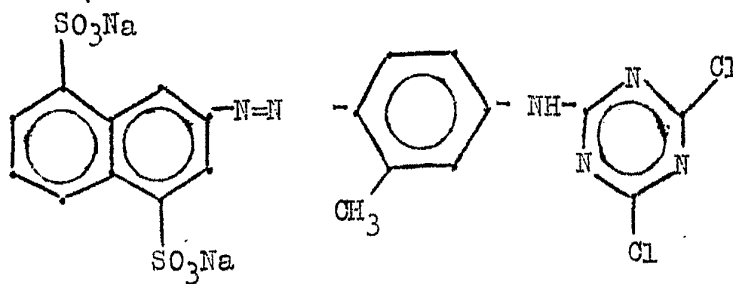


Se obtiene un matiz rojo.

10. EJEMPLO 21

Se tifie un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4 pero con un colorante de la fórmula siguiente

15.



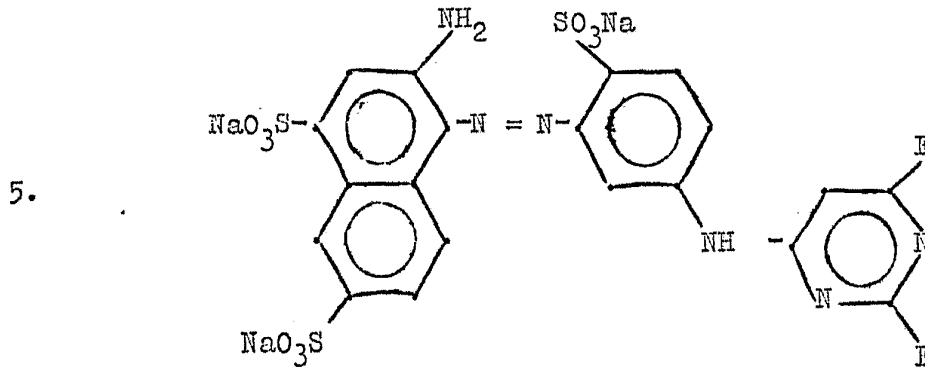
20. Resulta un matiz amarillo rojizo, que tiene muy buena solidez al agua y al lavado.

EJEMPLO 22

Se tifie un tejido de algodón mercerizado según el



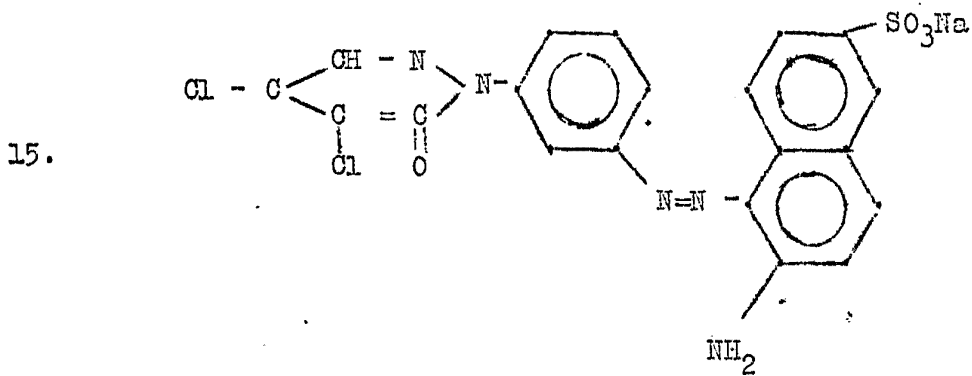
procedimiento del ejemplo 5 pero con un colorante de la fórmula siguiente



Se obtiene un matiz rojo anaranjado.

10. EJEMPLO 23

Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 5 pero con el colorante de la fórmula siguiente



Se obtiene un matiz rojo.

EJEMPLO 24

20. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el



procedimiento del ejemplo 1 pero sin acetato sódico y sin tamponar con ácido acético. La resistencia es algo más débil que tiñendo con acetato sódico.

EJEMPLO 25

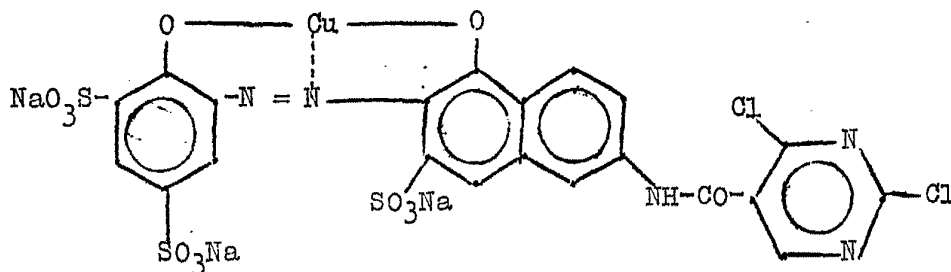
5. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1 pero se utiliza en lugar de 30 g/l de acetato sódico, 20 g/l de sulfito disódico. Se obtiene el mismo resultado que en el ejemplo 1.

EJEMPLO 26

10. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 2 pero se utilizan en lugar de 10 g/l de acetato sódico, 40 g/l de sulfato disódico. La resistencia es algo más débil que en el ejemplo 2.

EJEMPLO 27

15. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1 pero con un colorante de la fórmula siguiente

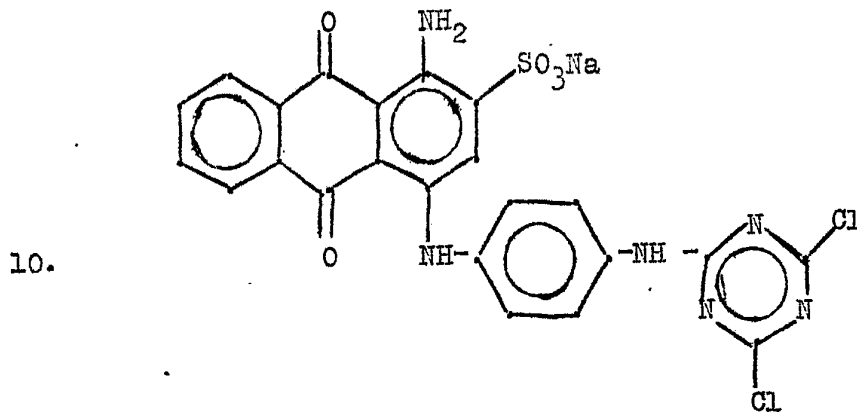




Se obtiene un matiz rubi que tiene muy buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 28

5. Se tinte un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1 pero con un colorante de la fórmula siguiente

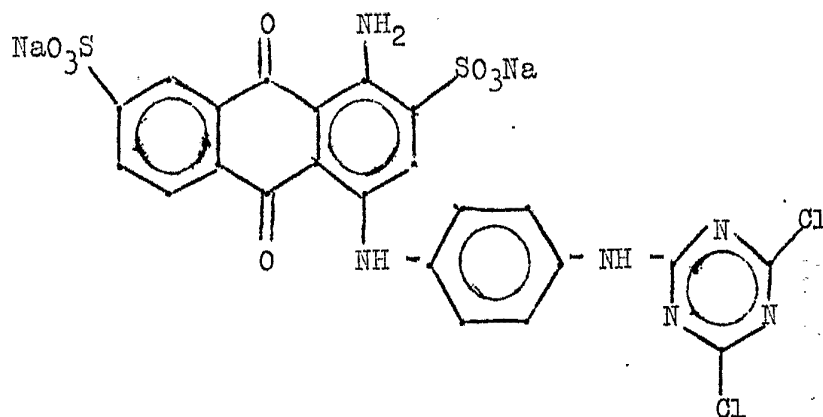


Se obtiene un matiz azul.

EJEMPLO 29

15. Se tinte un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1 pero con un colorante de la fórmula siguiente

5.



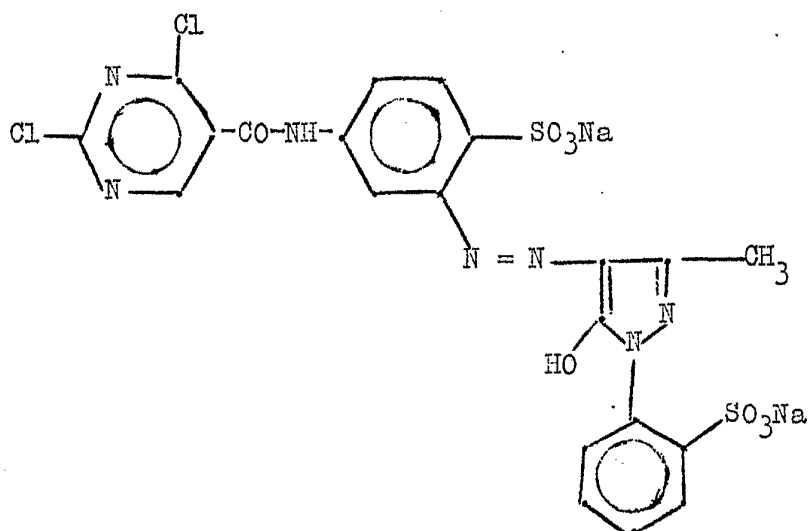
y en lugar de acetato sódico se utiliza acetato potásico.

Se obtiene un matiz azul.

EJEMPLO 30

10. Se tific un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1 utilizando un colorante de la fórmula siguiente:

15.

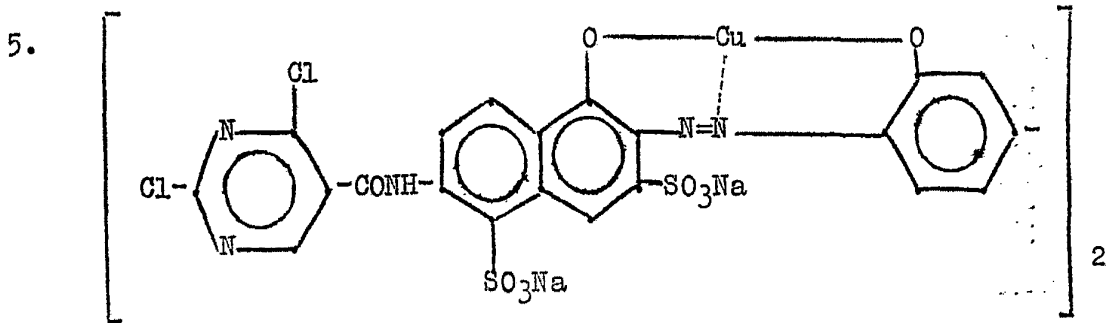


Se obtiene un matiz amarillo verdoso.



EJEMPLO 31

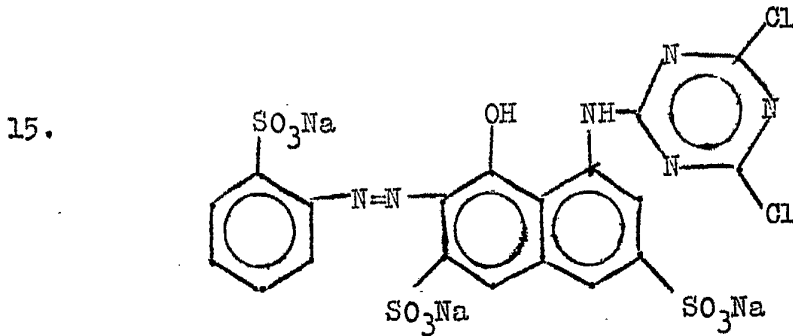
Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 1 pero utilizando un colorante de la fórmula siguiente:



Se tiñe un matiz azul sólido.

10. EJEMPLO 32

Se fulardea un tejido que consta de una mezcla de viscosa/algodón 65/35 de acuerdo con el procedimiento del ejemplo 7 con un colorante de 15 g/kg de la fórmula



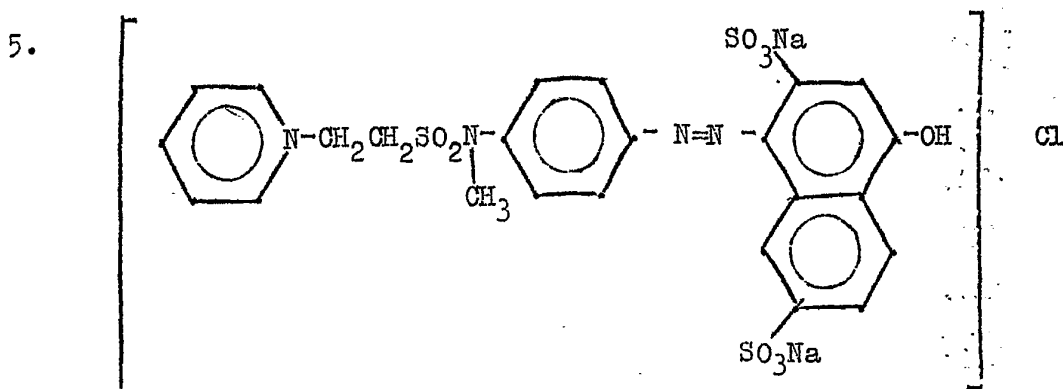
20. se obtiene una muestra rojo vivida.

384251



EJEMPLO 33

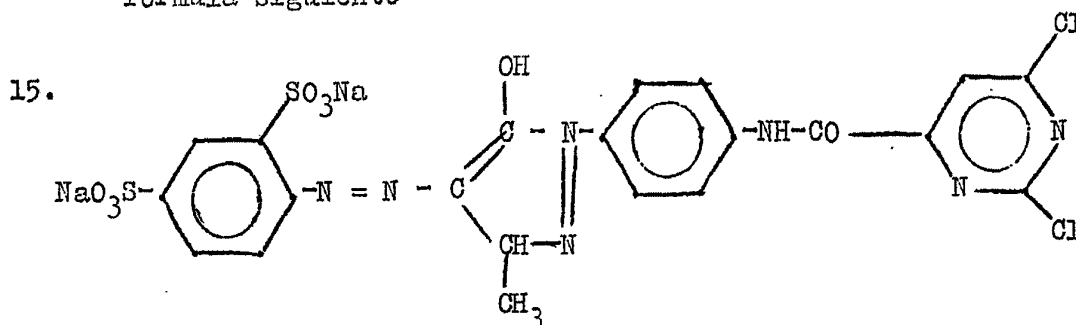
Se tñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 5 pero con 20 g/l de colorante producido según Chem. Abstr. 63, 18 314b



10. Se obtiene un matiz escarlata.

EJEMPLO 34

Se tñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 5 pero con 25 g/l del colorante de la fórmula siguiente

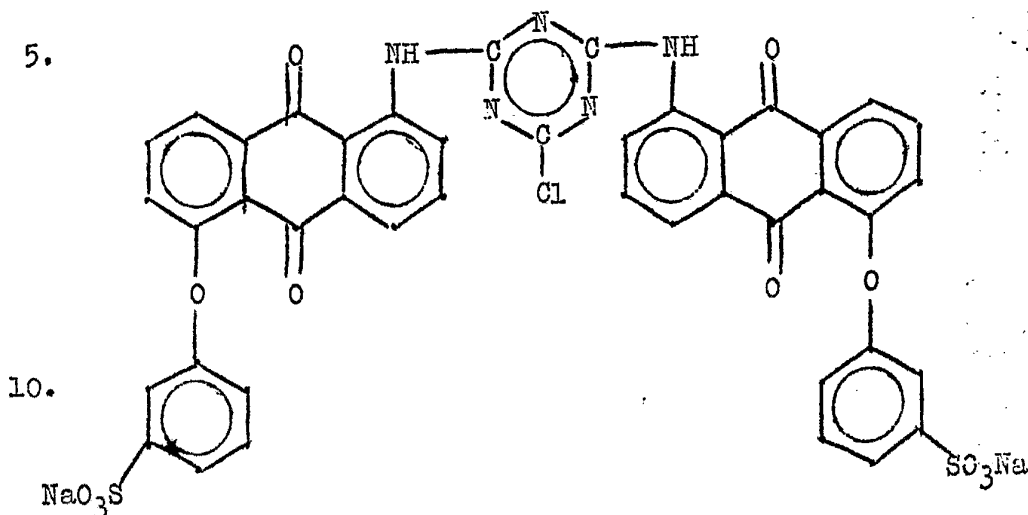


20. Se obtiene un matiz amarillo de solidez excelente a la humedad y a la luz.



EJEMPLO 35

Se fulardea un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 7 pero con 35 g/l de colorante de la fórmula siguiente

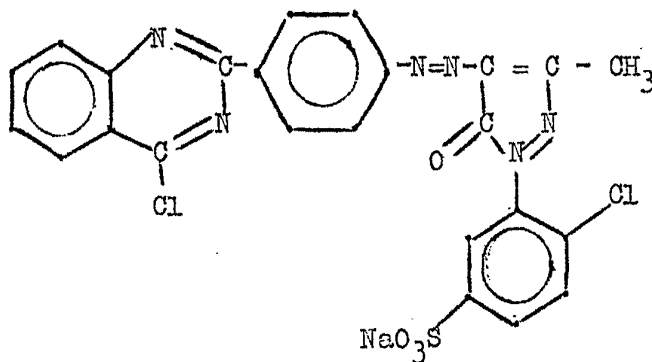


se seca y termofija.

Se obtiene un matiz amarillo brillante de solidez excelente.
15. lente.

EJEMPLO 36

Se tiñe un tejido de viscosa según el procedimiento del ejemplo 4 con un colorante de la fórmula siguiente



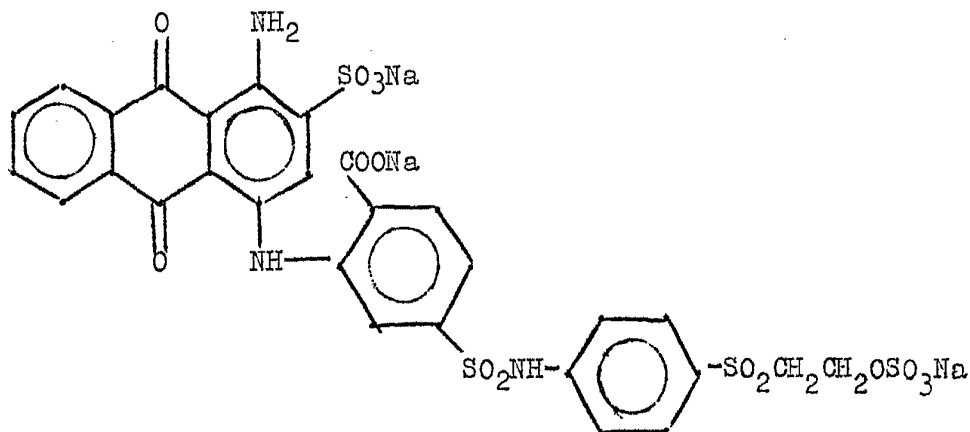
5.

Se obtiene un matiz amarillo con propiedades de solidez generalmente buenas.

EJEMPLO 37

Se tiñe una mezcla de algodón/rayón 50/50 según el procedimiento del ejemplo 6 pero con 60 g/l del colorante de la fórmula siguiente

15.



se obtiene un matiz azul.

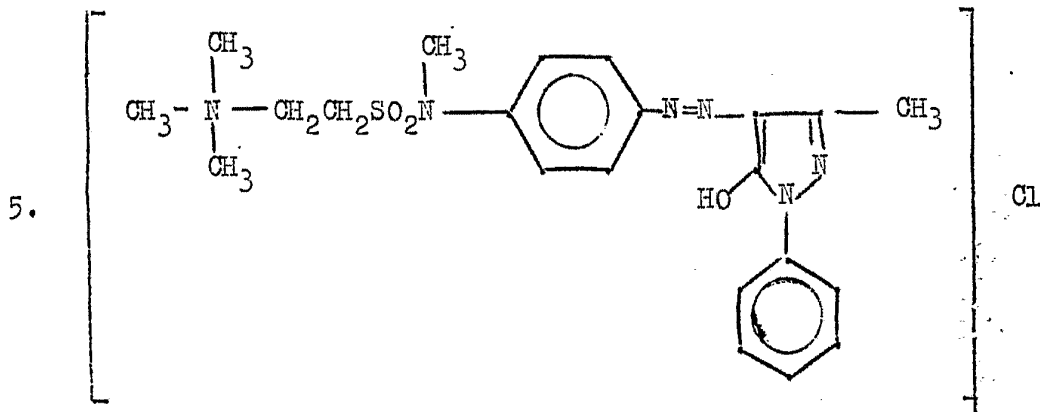
EJEMPLO 38

20.

Se tiñe un tejido de algodón según el procedimiento del



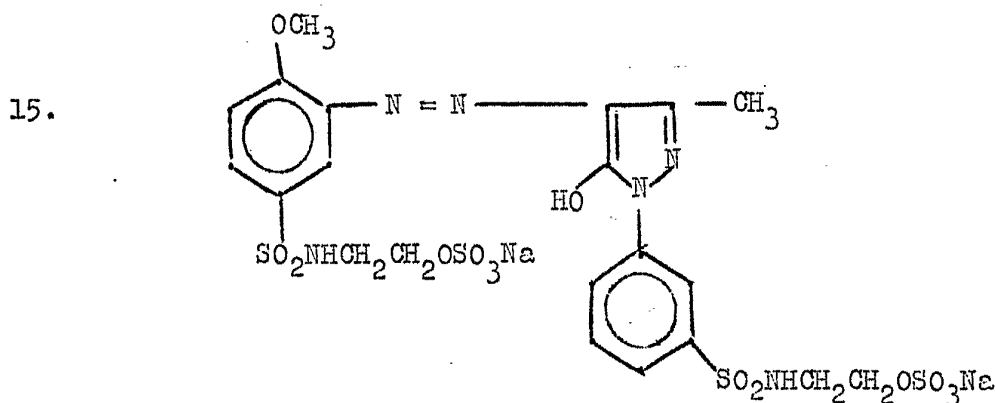
ejemplo 5 pero con 15 g/l de un colorante de la fórmula siguiente



Se obtiene un matiz amarillo.

10. EJEMPLO 39

Se tinte un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 5 pero con 30 g/l de un colorante de la fórmula siguiente

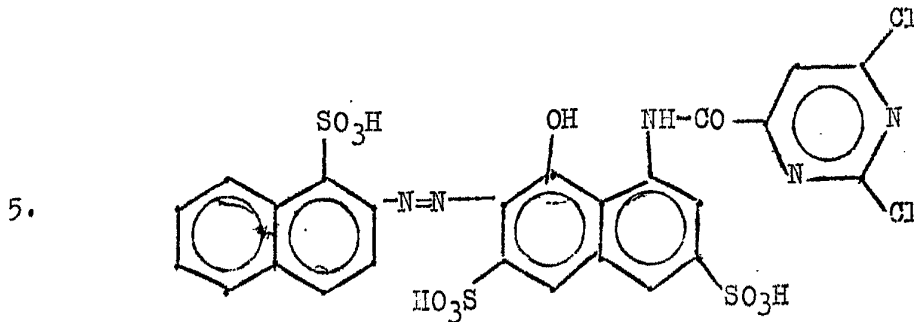


20. Se obtiene un matiz amarillo.



EJEMPLO 40

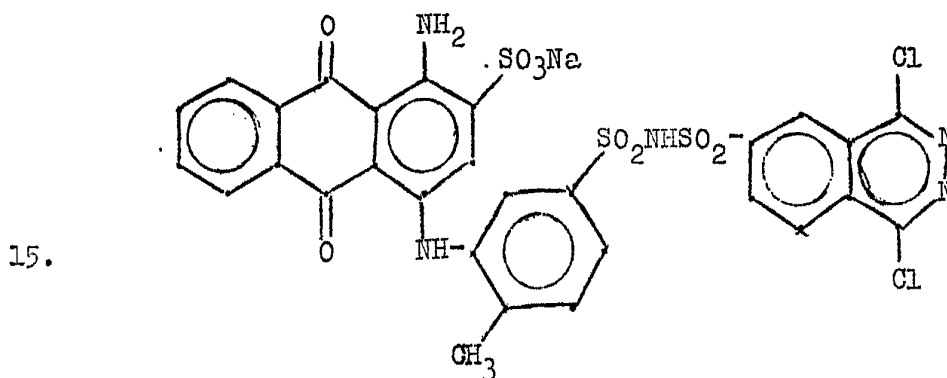
Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el ejemplo 4 pero con 10 g/l del colorante de la fórmula siguiente



Se obtiene un matiz rojo.

EJEMPLO 41

10. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4 pero con un colorante de la fórmula siguiente



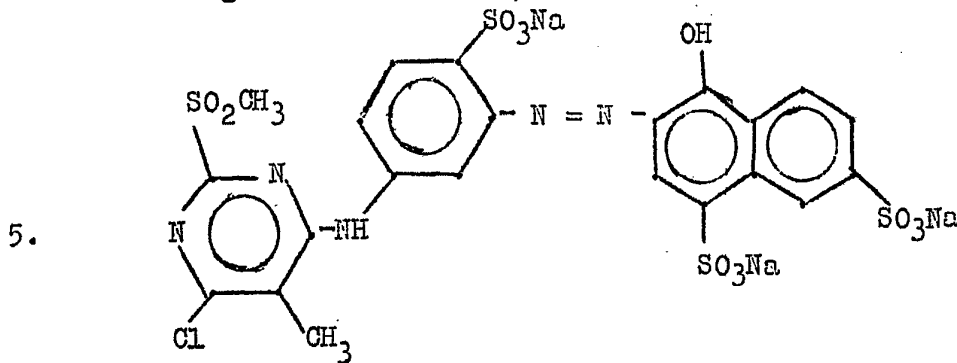
Se obtiene un matiz azul brillante de solidez excelente.

EJEMPLO 42

Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el pro-



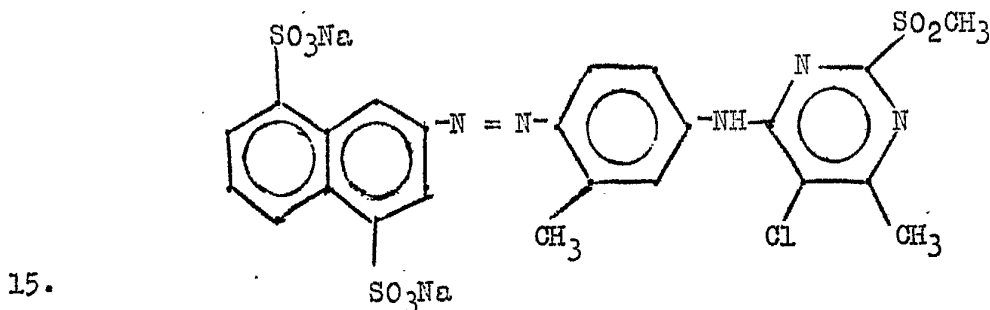
cedimiento del ejemplo 4, pero con el colorante de la fórmula siguiente



Se obtiene un matiz escarlata.

EJEMPLO 43

10. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4, pero con un colorante de la fórmula siguiente:



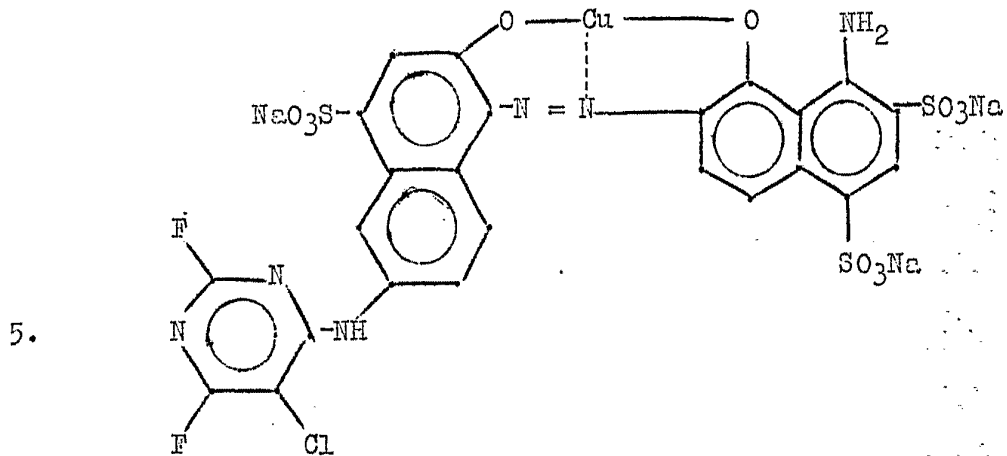
Se obtiene un matiz amarillo que tiene buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 44

20. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4, pero se utiliza el colorante siguiente:



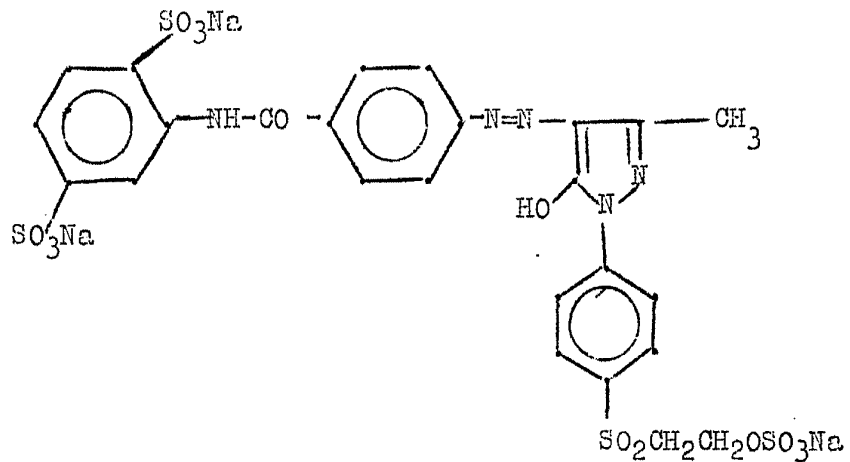
te:



Se obtiene un matiz totalmente azul.

EJEMPLO 45

10. Se tiñe un tejido de algodón mercerizado según el procedimiento del ejemplo 4, pero con un colorante de la fórmula siguiente



15. Se obtiene un matiz amarillo.



EJEMPLO 46

Se estampa un tejido de algodón mercerizado según el ejemplo 7, pero se utilizan 0,1 amperios y 3 voltios mientras el tiempo es de 5 minutos en lugar de 6 segundos.

5. Se obtiene una impresión brillante.

EJEMPLO 47

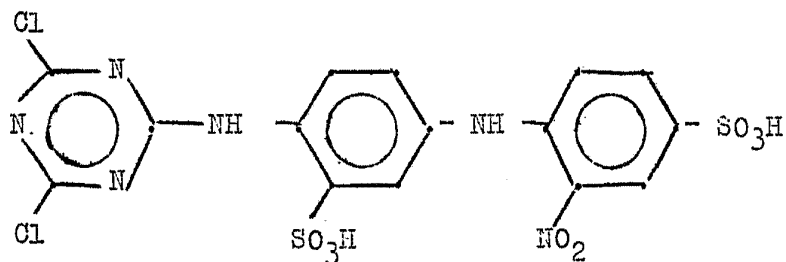
Se estampa un tejido de algodón mercerizado según el ejemplo 2, pero se utilizan 500 amperios y 24 voltios y la velocidad del lápiz es de 5 pulgadas/segundo.

10. Se obtiene una escritura azul brillante.

EJEMPLO 48

Se fulardea una fibra de algodón mercerizado de acuerdo con el ejemplo 4 pero con 20 g de un colorante de la fórmula

15.



20.

Se obtiene un matiz amarillo.

384251



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente estadounidense serial nº 864.049 del 6.10.69.

5. 1. Procedimiento para la fijación de colorantes reactivos alcalinos tingibles sobre materiales fibrosos celulósicos o celulósicos regenerados y sus mezclas, caracterizado en contactar el citado material con un baño acuoso que contiene colorante reactivo y una sal alcalina, y
10. luego contactar el citado material con electrodos y pasar una corriente eléctrica continua a través del citado material, fijando con ello el citado colorante sobre el citado material.
15. 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la corriente eléctrica continua tiene una intensidad de 0,1 a 500 amperios.
20. 3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el baño acuoso contiene un colorante reactivo alcalino tingible y la sal alcalina en la relación de por lo menos 1 equivalente molar de sal alcalina a 1 equivalente molar de colorante reactivo.
4. Procedimiento, según la reivindicación 3, en

/s/

384251



el que el baño acuoso contiene un ácido como colorante reactivo alcalino tingible y por lo menos 1 equivalente molar adicional de sal alcalina para cada equivalente molar de ácido.

5. 5. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el baño acuoso tiene un pH por debajo de 8.

6. Procedimiento, según la reivindicación 5, en el que el baño acuoso se ajusta a un pH de aproximadamente 7.

10. 7. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la sal alcalina es una sal de un ácido fuerte o la sal de un ácido débil.

15. 8. Procedimiento, según la reivindicación 7, en la que la sal alcalina es un sulfato, bicarbonato, formiato, acetato o propionato.

9. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la sal alcalina es una sal alcalina de un ácido de colorante reactivo alcalino tingible.

20. 10. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la sal alcalina es una sal de sodio o una sal de potasio.

11. Procedimiento, según la reivindicación 10,

384251



en el que la sal es acetato sódico o propionato sódico.

5. 12. Procedimiento, según la reivindicación 1,
en el que el citado material es tratado posteriormente
por aireación, curado, vaporizado o por almacenado desde
1 a 24 horas.

10. 13. Procedimiento para la fijación de colorantes
reactivos alcalinos.

Según se describe y reivindica en la presente
memoria descriptiva que consta de 53 hojas foliadas y
escritas a máquina por una sola cara.

15.

Madrid a 3 Octubre de 1972

JAIME ISERN

p.a. . P.p.

~~Firmado: JOSE F. NIETO~~