

CAS 1-3222



386462

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	D. 06
SUBCLASE	P

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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR MATERIAL FIBROSO CONTENIENDO NITROGENO", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG., residente en BASILEA (Suiza)

- o -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para teñir material fibroso conteniendo nitrógeno, en especial fibras de poliamida natural y sintética, como lana y nylon, con colorantes aniónicos acuosolubles en disolventes orgánicos, así como el material fibroso teñido según este procedimiento.

Como es sabido las fibras de poliamida natural y sintética se tiñen con colorantes aniónicos acuosolubles en solución acuosa. Sin embargo en época más reciente se ensayó substituir para el proceso de teñido, el medio acuoso

386 4 62



por un disolvente orgánico. Este, es especial en atención al problema de lavado, era de valor muy deseado. Además el material fibroso al utilizar disolventes orgánicos puede tratarse previamente en el mismo baño, teñirse y tratarse posteriormente. Mientras que los disolventes orgánicos en la limpieza en seco se ha hallado en la práctica que entran rápidamente, su utilización conduce a una serie de dificultades en la tintorería textil. Particularmente la solubilidad de los colorantes acuosolubles usuales en el medio orgánico es un problema todavía no resuelto satisfactoriamente.

5.

10.

Ya se ha ensayado transformar los colorantes orgánicos usuales utilizados como sulfonatos sódicos, aminas orgánicas, en sales solubles en agua, solubles en medio orgánico; esta operación adicional ocasiona sin embargo un encarecimiento esencial de los colorantes. Además también se utilizó disolventes orgánicos polares fuertes, como metanol o etanol, de por sí o como disolventes auxiliares, en mezcla con disolventes orgánicos no polares. Por último también se ha ensayado realizar las tinciones con disolvente-emulsiones en lugar de mediante mezclas homogéneas. Durante la utilización de disolventes orgánicos polares sobre todo a causa de su combustibilidad que conduce a dificultades aparatosas, la utilización de disolvente-emulsiones de bases tintóreas es indeseada.

15.

20.

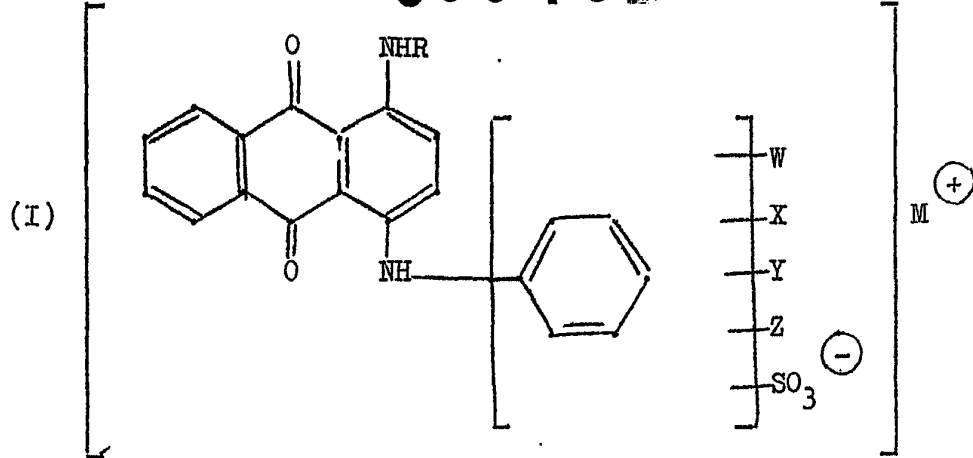
25.

Ahora se ha encontrado que los colorantes aniónicos acuosolubles deseados, en forma de utilización usual, que corresponden a la fórmula general I ó II

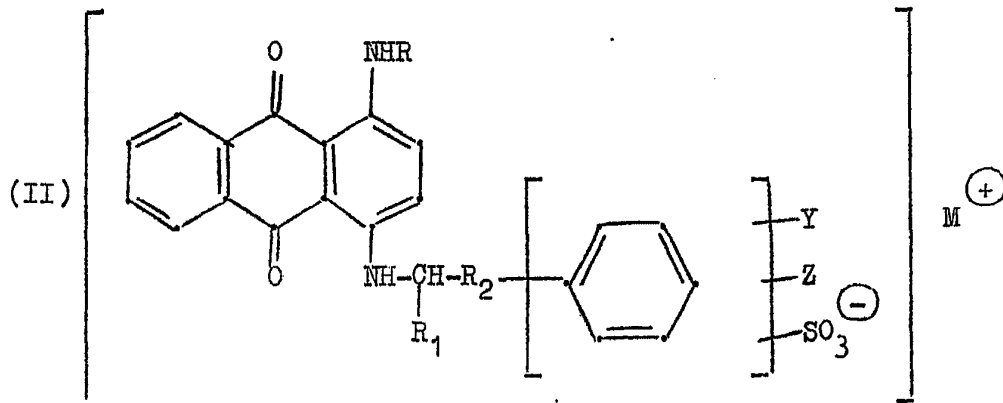


386462

5.



10.



15.

20.

son apropiados directamente para teñir material fibroso con
 teniendo nitrógeno en disolventes orgánicos apróticos no
 polares.

25.

En estas fórmulas I y II:

R significa un grupo alquílico con de 1 a 12 átomos de carbono o un radical ciclohexílico insustituído o sustituido mediante grupos alquílicos inferiores,

R₁ significa hidrógeno o un grupo alquílico inferior,

R₂ significa un radical alquilénico inferior,

W significa hidrógeno o un grupo metílico,

386 4 62



5. X significa hidrógeno, un grupo alquílico con de 1 a 12 átomos de carbono, el radical ciclohexílico o un radical ariloxi eventualmente substituído,
- Y significa hidrógeno, un grupo alquílico inferior, el grupo trifluormetílico, un grupo alcoxi inferior o un átomo de halógeno,
- Z significa hidrógeno, un grupo alquílico inferior o un grupo alcoxi inferior y
10. M⁽⁺⁾ significa un catión de metal alcalino, amonio o medio equivalente de carga de un catión de metal alcalino-térreo.

15. El concepto "inferior" en compuestos con alquilo o alcoxi o un hidrocarburo halogenado alifático significa que el radical correspondiente o el compuesto en cuestión muestra de 1 a 4 átomos de carbono; se trata asimismo por ejemplo de radicales metílico, etílico, isopropílico, n-butílico, s-butílico, isobutílico o t-butílico.

20. R en la significación de un grupo alquílico con de 1 a 12 átomos de carbono representa por ejemplo metilo, isopropilo, 1,2-dimetilpropilo, butilo, s-butilo, 1,3-dimetilbutilo, isohexilo, 2-etilhexilo, octilo, decilo y dodecilo. Si R significa un radical ciclohexílico substituído mediante grupos alquílicos inferiores, se trata por ejemplo de radicales 4-metilciclohexílico, 3,5,5-trimetilciclohexílico o 4-t-butilciclohexílico.

25.

R₂, en calidad de radical alquilénico inferior, significa por ejemplo un radical metilénico, dimetilénico, propilénico o trimetilénico.

La significación de X como grupo alquílico con



de 1 a 12 átomos de carbono corresponde a la arriba indicada bajo R. Como radical ariloxi eventualmente sustituido, X representa en especial un radical fenoxi sustituido eventualmente mediante átomos de halógeno, como cloro o bromo, o mediante grupos alquílicos o bien alcoxi con de 1 a 5 átomos de carbono.

5.

Si Y representa un átomo de halógeno, son de comprender con ello, por ejemplo fluor, cloro o bromo.

10.

Si M^{+} es un catión de metal alcalino, se trata por ejemplo del catión de litio, sodio, potasio. Si $M^{(+)}$ representa un catión de metal alcalino-térreo, se trata por ejemplo del catión de magnesio, estroncio o bario.

15.

R significa ventajosamente un grupo alquílico inferior ramificado, como el grupo s-butílico, sin embargo totalmente particular el grupo isopropílico, o el grupo ciclohexílico.

20.

W y Z son de preferencia hidrógeno, mientras que X representa particularmente hidrógeno o un radical metilfenoxi.

Y representa ventajosamente hidrógeno, pero en especial un grupo alquílico inferior o un átomo de halógeno, sobre todo el grupo metílico, el grupo etílico o cloro.

25.

R_1 representa ventajosamente un grupo metílico o un grupo isobutílico, R_2 ventajosamente el radical dimetilénico.

M^{+} es de preferencia un catión de metal alcalino y en especial el catión de sodio.

Se han acreditado particularmente los colorantes de la fórmula general I, en la que R significa un grupo al

386462



quílico inferior o un radical ciclohexílico eventualmente metil-substituido, W y Z significan hidrógeno, X significa hidrógeno o un radical metilfenoxi.

5. Y significa un grupo alquílico inferior o un átomo de halógeno y

M⁽⁺⁾ significa un catión de metal alcalino, en forma totalmente especial aquellos, en los que

R e Y significan un grupo alquílico inferior,

W, X y Z significan hidrógeno y

10. M⁽⁺⁾ significa el catión de sodio.

Son igualmente ventajosos los colorantes de la fórmula II en la que

R significa un grupo alquílico inferior, en especial isopropilo,

15. R₁ significa un grupo alquílico inferior, en especial isobutilo,

R₂ significa el radical dimetilénico,

Y y Z significan hidrógeno y

20. M⁽⁺⁾ significa un catión de metal alcalino, en especial el catión de sodio.

Ejemplos de los colorantes de la fórmula I utilizables según la invención se indican a continuación, en donde la posición del grupo de ácido sulfónico en el radical fenílico, sino se conoce, se indica con "Q":

25. 1-metilamino-4-(2-sodiosulfo-4-t-butil)-fenilamino-antraquinona,

1-isopropilamino-4-(2-sodiosulfo-4-octil)-fenilamino-antraquinona,

1-isopropilamino-4-(2-sodiosulfo-4-dodecil)-fenilamino-

386 4 62



- antraquinona,
1-isopropilamino-4-(2-sodiosulfo-4-ciclohexil)-fenilamino-
antraquinona,
1-isopropilamino-4-(Q-sodiosulfo-3-trifluorometil)-fenil-a
5. amino-antraquinona,
1-isopropilamino-4-(Q-sodiosulfo-2,5-dibutoxi)-fenil-amino-
antraquinona,
1-isopropilamino-4-(Q-sodiosulfo-2-metil-6-etil)-fenil-ami
no-antraquinona,
10. 1-isopropilamino-4-(Q-sodiosulfo-2,6-dietoxi)-fenilamino-
antraquinona,
1-isopropilamino-4-(2-sodiosulfo-3,4,5-trimetil)-fenil-ami-
no-antraquinona,
1-isopropilamino-4-(Q-sodiosulfo-3,5-di-t-butil)-fenil-ami
15. no-antraquinona,
1-isopropilamino-4-(2,3,5,6-tetrametil-4-sodiosulfo)-fenil-
-amino-antraquinona,
1-isopropilamino-4-(Q-sodiosulfo-4-butoxi)-fenilamino-an-
traquinona,
20. 1-s-butilamino-4-(2-magnesiosulfo-4-metil)-fenilamino-an
traquinona,
1-s-butilamino-4-(Q-sodiosulfo-4-bromo)-fenilamino-antra-
quinona,
1-s-butilamino-4-(Q-sodiosulfo-3-metoxi-4-metil)-fenilami-
25. no-antraquinona,
1-(1,2-dimetil)-propilamino-4-(2-sodiosulfo-4-metil)-fenil
amino-antraquinona,
1-(1,3-dimetil)-butilamino-4-(2-sodiosulfo-4-metil)-fenil-
amino-antraquinona,

386 4 62



- 1-(2-etil)-hexilamino-4-(2-sodiosulfo-4-metil)-fenilamino-antraquinona,
- 1-octilamino-4-(2-potasio-sulfo-4-metil)-fenilamino-antraquinona
- 1-dodecilamino-4-(2-amoniosulfo-4-metil)-fenilamino-antraquinona,
5. 1-ciclohexilamino-4-(2-sodiosulfo-4-butyl)-fenilamino-antraquinona,
- 1-ciclohexilamino-4-(2-sodiosulfo-4-isopropil)-fenilamino-antraquinona,
10. 1-(4-t-butyl)-ciclohexilamino-4-(Q-sodiosulfo-3-metoxi-4-metil)-fenilamino-antraquinona,
- 1-(3,5,5-trimetil)-ciclohexilamino-4-(2-litiosulfo-4-metil)-fenilamino-antraquinona,
- Colorantes que corresponde a la fórmula I especialmente apropiados para el procedimiento de acuerdo con la invención son:
15. 1-isopropilamino-4-(2-sodiosulfo-4-etil)-fenilamino-antraquinona,
- 1-isopropilamino-4-(Q-sodiosulfo-4-cloro)-fenilamino-antraquinona,
20. 1-s-butilamino-4-(2-sodiosulfo-4-metil)-fenilamino-antraquinona,
- 1-ciclohexilamino-4-(2-sodiosulfo-4-metil)-fenilamino-antraquinona,
25. 1-(3'-dimetil-5'-metilciclohexilamino)-4-(Q-sodiosulfo-4-(4"-metilfenoxi)))-fenilamino-antraquinona,
- 1-(3'-dimetil-5'-metilciclohexilamino)-4-(Q-sodiosulfo-4-cloro-2-fenoxi)-fenilamino-antraquinona,
- 1-(3'-dimetil-5'-metilciclohexilamino)-4-(Q-sodiosulfo-2-(2"-metilfenoxi)))-fenilamino-antraquinona,



1-(3'-dimetil-5'-metilciclohexilamino-4- \int Q-sodiosulfo-2-
-(4"-n-aminofenoxi) \int -fenilamino-antraquinona,

pero particularmente

1-isopropilamino-4-(2-sodiosulfo-4-metil)-fenilamino-antra-
quinona.

5.

Colorantes utilizables según la invención, que corresponden a la fórmula II, en los que la posición del grupo de ácido sulfónico en el radical fenílico no esté concretado y se señala asimismo con "Q", son por ejemplo:

10.

1-isopropilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-litiosulfo)-fenil \int -
propilamino-antraquinona,

1-isopropilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-potasiosulfo)-fe -
nil \int -propilamino-antraquinona,

15.

1-isopropilamino-4- \int I'-metil-3'-(Q"-sodiosulfo-2",5"-dime-
til)fenil \int -propilamino-antraquinona,

1-isopropilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo-4"-metil)-
-fenil \int -propilamino-antraquinona,

1-isopropilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo-4"-meto-
xi)-fenil \int -propilamino-antraquinona,

20.

1-isopropilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo-2",5"-
-dimetoxi-fenil \int -propilamino-antraquinona,

1-isopropilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo-4"-clo-
ro)-fenil \int -propilamino-antraquinona,

1-isopropilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo-2"-bro-
mo)-fenil \int -propilamino-antraquinona,

25.

1-s-butilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo)-fenil \int -
propilamino-antraquinona,

1-s-butilamino-4- \int I'-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo-4"-isopro-
pil)-fenil \int -propilamino-antraquinona,

386 4 62



- 1-s-butilamino-4- \int '-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo-4"-butoxi)-fenil \int -propilamino-antraquinona,
- 1-(1,2-dimetil-propilamino-4- \int '-metil-2'-(Q"-sodiosulfo)-fenil \int -etilamino-antraquinona,
- 5. 1-(1,2-dimetil)-propilamino-4- \int '-metil-2'-(Q"-sodiosulfo-3",5"-dibutoxi)-fenil \int -etilamino-antraquinona,
- 1-dodecilamino-4- \int '-metil-3'-(Q"-sodiosulfo)-fenil \int -propilamino-antraquinona,
- 1-(1,2-dimetil)-propilamino-4- \int '-metil-2'-(Q"-sodiosulfo-2",5"-dibutil)-fenil \int -etilamino-antraquinona,
- 10. 1-butilamino-4- \int '-metil-2'-(Q"-sodiosulfo)-fenil \int -etilamino-antraquinona,
- 1-(1,3-dimetil)-butilamina-4- \int '-2'-dimetil-3'-(Q"-sodiosulfo)-fenil \int -propilamino-antraquinona,
- 15. 1-octilamino-4- \int '-isobutil-3'-(Q"-potasiosulfo)-fenil \int -propilamino-antraquinona,
- 1-dodecilamino-4- \int '-isobutil-3'-(Q"-aminbsulfo)-fenil \int -propilamino-antraquinona,
- 1-ciclohexilamino-4- \int '-isobutil-3'-(Q"-magnesiumsulfo)-fenil \int -propilamino-antraquinona,
- 20. 1-ciclohexilamino-4- \int '-isobutil-3'-(Q"-potasiosulfo-4"-butil)-fenil \int -propilamino-antraquinona,
- 1-(3,5,5-trimetil)-ciclohexilamino-4- \int '-metil-2'-(Q"-potasiosulfo)-fenil \int -etilamino-antraquinona,
- 1-(3,5,5-trimetil)-ciclohexilamino-4- \int '-metil-2'-(Q"-sodiosulfo-3"-trifluormetil)-fenil \int -etilamino-antraquinona,
- 25.

De los colorantes correspondientes a la fórmula II es particularmente apropiada para el procedimiento según la invención la 1-isopropilamino-4- \int '-isobutil-3'-(Q"-sodiosulfo)-fenil \int -propilamino-antraquinona.

La preparación de los colorantes aniónicos utiliza--

386462



bles según la invención se efectúa según métodos conocidos. Por ejemplo se obtienen colorantes de la fórmula I mediante reacción de una 1-alquilamino-4-bromo-antraquinona con la fenilamina correspondiente exenta de grupos sulfónicos en solución o bien en la masa fundida de la fenilamina en exceso en presencia de cobre o de un compuesto de cobre, o de un compuesto de cobre, como cloruro de cobre (I), y un agente ligador de ácido, como acetato sódico, así como a continuación sulfonación del compuesto de 1-alquilamino-4-fenilamino-antraquinona obtenido.

Los colorantes de la fórmula II pueden prepararse en forma análoga mediante reacción de una 1-alquilamino-4-bromo-antraquinona con la aralquilamina correspondiente y a continuación sulfonación.

Como disolventes apróticos no polares pueden entrar en consideración para el procedimiento según la invención por ejemplo hidrocarburos líquidos que hierven por encima de 30°C, asimismo hidrocarburos aromáticos, como xileno o clorobenceno, sobre todo diclorobenceno, triclorobenceno o tetrahidronaftalina, hidrocarburos alifáticos, como hexano, heptano, octano o decano, hidrocarburos perfluorados alifáticos, como perfluorhexano o perfluorheptano, e hidrocarburos cicloalifáticos, como ciclohexano, en especial ciclohexano. Sin embargo se utilizan de preferencia la causa de su en general fácil regenerabilidad e incombustibilidad, los hidrocarburos alifáticos inferiores, en especial hidrocarburos clorados alifáticos inferiores, por ejemplo diclorometano, cloroformo, tetracloruro de carbono, tricloroetileno, tribromoetileno, tetracloroetileno ("percloroetileno"),

386462



tricloroetano, tetracloroetano, 1,1,2-tricloro-2,2,1-trifluor
etano, 1,1,1,2-tetracloro-2,2-difluoreetano, pentaclorofluor
etano o 1-cloro-3-fluorpropano. Asimismo se puede utilizar
mezclas de tales disolventes. Para ello estos disolventes

5. como es frecuente en productos técnicos del caso, pueden con
tener estabilizadores, como por ejemplo el 1,1,1-tricloroe-
tano conocido bajo la marca Chlorothene NU (Dow Chemical Co.,
Midland, Michigan, USA).

10. Especialmente apropiado en calidad de disolvente
aprótico no polar, es el tricloroetileno, sin embargo sobre
todo tetracloroetileno.

15. Como material fibroso conteniendo nitrógeno se ci-
tan las fibras albuminoideas naturales, como lana y seda,
fibras de poliuretanos, pero en especial material fibroso
de poliamida sintética. En el caso de lana se tiñe de prefe-
rencia en presencia de 1-5% en peso de agua, calculado
sobre el peso total del baño, y eventualmente dosis escasas
de un emulgente.

20. Como material fibroso de poliamida sintética, que
puede teñirse según el procedimiento de acuerdo con la in-
vención, pueden entrar en consideración por ejemplo produc-
tos de condensación de hexametildiamina y ácido adípico
(poliamida 6.6) o ácido sebácico (poliamida 6.10) o produc-
tos de condensación mixtos, por ejemplo de hexametildiami-
na, ácido adípico y épsilon-caprolactama (poliamida 6.6/6),
25. además los productos de polimerización de épsilon-caprolac-
tama, conocidos bajo las marcas "nylon", "perlón", "grilon"
o "enkalon", o de ácido omega-aminoundecánico (poliamida 11
o bien "rilsan").

386 462



Estas fibras pueden utilizarse en cualquier estado de elaboración, asimismo por ejemplo en forma de material a granel, prehilado, hilos o géneros de punto, tejidos y material fibroso no tejido, así como pavimentos textiles, como alfombras tejidas, afelpadas o afieltradas.

5.

Son asimismo utilizables mezclas de estas fibras, en especial mezclas de fibras de lana y poliamida.

El teñido del material fibroso se efectúa convenientemente según el procedimiento usual discontinuo o continuo, por ejemplo según el procedimiento de extracción o mediante impregnación del material fibroso por impregnado, rociado o estampado, sin embargo de preferencia mediante fular deado.

10.

En el procedimiento de extracción, el material se tiñe en un baño estacionario en forma suelta o llevado sobre dispositivos mecánicos. Según la naturaleza del género a teñir se utiliza para ello en especial un Jigger, tinas de aspaderas, aparatos de teñir bobinas cruzadas o aparatos de teñir similares. El colorante se disuelve en disolventes orgánicos luego se introduce el material fibroso, con lo que la proporción de baño puede ascender de 1:5 a 1:10. Tras la extracción a la temperatura de baño deseada, que depende del disolvente elegido y del tipo de fibra y que se encuentra en general entre 40° y 130°C, se tiñe a esa temperatura durante aproximadamente de 5 a 45 minutos. A continuación, la tinción se seca convenientemente tras enjuagado con disolventes apróticos no polares. Eventualmente, la tinción se realiza por encima del punto de ebullición del disolvente en un sistema cerrado.

15.

20.

25.

386462



Los colorantes pueden llevarse sobre el material fibroso según el procedimiento de "teñido espaciado" (teñido al azar) mediante inyección del baño de color por agujas huecas en las husadas y otros procedimientos conocidos.

5. Para el procedimiento del fular se disuelven los colorantes ventajosamente en disolventes apróticos no polares, luego el material fibroso se lleva convenientemente a temperatura ambiente por la solución de tejido y luego se exprime al contenido deseado en solución de impregnación de aproximadamente 60 a 100% en peso (calculado sobre el peso seco del género). La parte principal del disolvente que permanece en el material fibroso se elimina usualmente a continuación bajo condiciones suaves, por ejemplo en una corriente de aire caliente a temperaturas de hasta 100°C dependiendo del disolvente. La fijación del colorante sobre el material fibroso así secado puede efectuarse mediante vaporizado, por ejemplo con vapor de agua o con vapor de disolventes, o de preferencia mediante termotratamiento seco por debajo del punto de reblandecimiento del material fibroso.
10. Estos dos tipos de tratamiento en caliente pueden utilizarse asimismo combinados. Para el termotratamiento seco es apropiado el calor por contacto, una corriente de aire caliente seca, irradiación de infrarrojos o la acción de corrientes de alta frecuencia. Sin embargo se ha probado como immejorable el termotratamiento seco mediante calor por contacto. Para ello el material fibroso previamente secado se conduce convenientemente según el tipo de fibra durante de 10 a 30 segundos y de 160 a 230°C sobre un cilindro giratorio calentado. Otro tipo de realización de la
- 15.
- 20.
- 25.

386462



termofijación por contacto, que es especialmente conveniente a escala de laboratorio, consiste por ejemplo en que la tinción se fija durante el tiempo correspondiente a las temperaturas citadas en una prensa de planchar de precisión.

5. Los colorantes pueden adicionarse evidentemente al baño de teñido no sólo en forma sólida, sino también en forma de soluciones estables, concentradas.

10. Según el procedimiento de acuerdo con la invención se obtienen tinciones de color fuerte homogéneas sobre el material fibroso citado, que se caracterizan sin postratamientos por sus buenas propiedades de solidez, en especial con respecto a la luz, a la limpieza en seco, al lavado, al sublimado y al roce.

15. Frente al procedimiento previamente conocido para teñir en disolventes orgánicos tiene el procedimiento presente en especial la ventaja de que puede realizarse en disolventes comunes no inflamables, sin que deba modificarse los colorantes usuales para el procedimiento de teñido acuoso. La utilización de disolventes unitarios en lugar de

20. mezclas de disolventes de disolventes polares y no polares simplifica la regeneración del disolvente. Con ello es sumamente ventajoso que los mismos colorantes aniónicos, que pueden aplicarse en el procedimiento de teñido usual en solución acuosa, se disuelvan bien en los disolventes apróticos no polares utilizados de acuerdo con la presente invención, sin agentes auxiliares de solución de forma que se obtengan tinciones de suficiente intensidad de color.

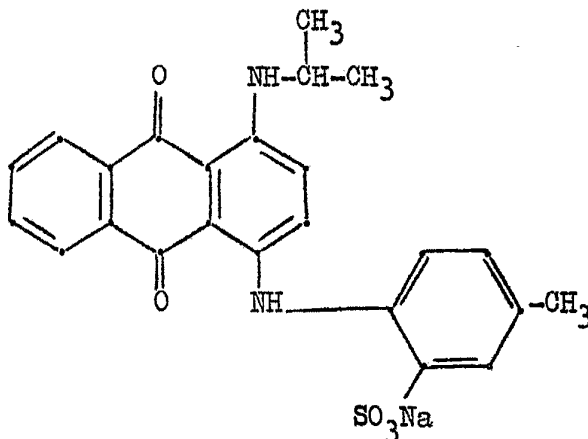
25. En los ejemplos siguientes, las temperaturas se indican en grados Celsius.

386462



EJEMPLO 1

5 g del colorante de la fórmula



15.

se disuelven en 1000 cc de tricloroetileno. Con esta solución de color azul, clara, se fulardea un tejido de filamento de poliamida-6.6 a temperatura ambiente, el género impregnado se exprime sobre un contenido de baño de aproximadamente el 60% calculado sobre el peso seco del género, y se seca durante 1 minuto a unos 100°. La tinción seca se fija a continuación durante 5 segundos a 220° mediante calor por contacto. Se obtiene, sin postratamiento, una tinción azul grisácea homogénea y bien revelada, de color intenso con

20.

muy buena solidez a la luz y a la humedad.

Se logra el mismo resultado cuando en este ejemplo se substituye los 1000 cc de tricloroetileno por 1000 cc de tricloroetano o 1000 cc de diclorometano.

EJEMPLO 2

25.

Si se utiliza en lugar del tejido de filamento de poliamida-6.6 un tejido de poliamida 6 y la tinción se fija durante 15 segundos, a 190° mediante calor por contacto, se obtiene en usualmente igual forma de trabajo que lo indicado en el ejemplo 1, asimismo una tinción azul grisácea de co-

386462

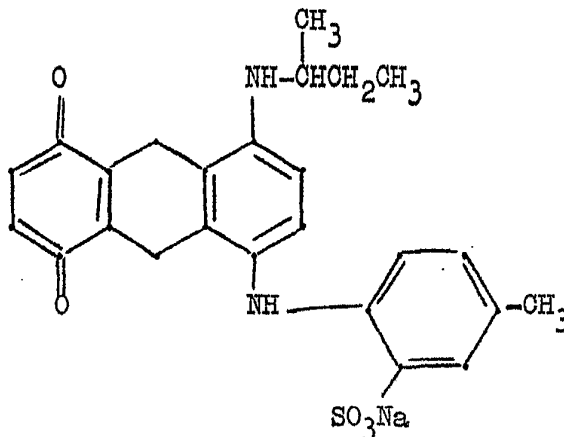


lor intenso con propiedades de solidez igualmente buenas.

EJEMPLO 3

5 g del colorante de la fórmula

5.



10.

15.

se disuelven en 1000 cc de tetracloroetileno. Con la solución azul, filtrada, se fulardea un tejido de filamento de poliamida-6.6 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime de un contenido de baño de aproximadamente 70%, calculado sobre el peso seco del género y se seca durante aproximadamente 1 minuto a 100°. La tinción seca se fija a continuación durante 15 segundos a 220° mediante calor por contacto.

20.

Se obtiene -sin postramiento- una tinción azul grisácea homogénea y bien revelada, de color intenso con muy buena solidez a la luz y a la humedad.

25.

Si se utiliza en lugar del colorante citado en este ejemplo, 5 g de uno de los colorantes indicados en la tabla I y se procede usualmente a como se describe, se obtiene en forma análoga, tinciones azules desde grisáceas hasta rojizas sobre tejido de filamento de poliamida-6.6.

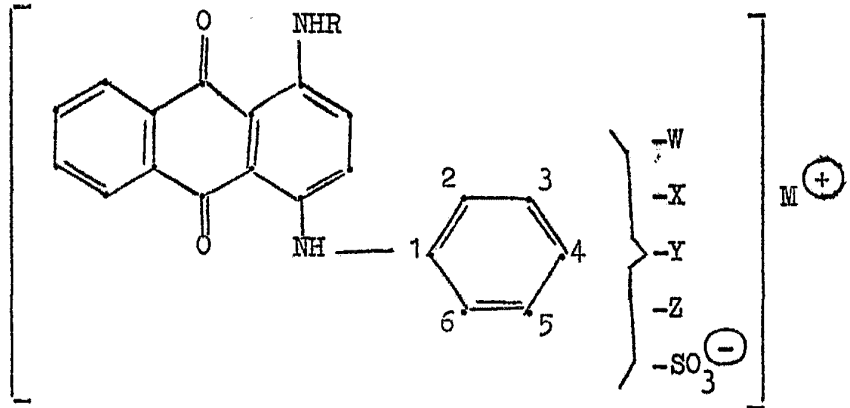
386462




TABLA I

5.

Colorante



10.

Ej. No	R	W	X	Y	Z	M (+)	Tono de color sobre poliámidada
4	-CH ₃	H	4-C(CH ₃) ₃	H	H	Na	azul verdoso
5	-CH(CH ₃) ₂	H	4-CH ₃	H	H	Na	"
6	-CH(CH ₃) ₂	H	4-C ₂ H ₅	H	H	Na	"
7	"	H	H	4-Cl	H	Na	azul
8	"	H	4-(CH ₂) ₇ -CH ₃	H	H	Na	azul verdoso
9	"	H	4-(CH ₂) ₁₁ -CH ₃	H	H	Na	"
10	"	H	4- 	H	H	Na	"
11	"	H	H	3-CF ₃	H	Na	rojo rojizo
12	"	H	H	2-OC ₄ H ₉	5-OC ₄ H ₉	Na	azul verdoso
13	"	H	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Na	azul rojizo
14	"	H	H	2-OC ₂ H ₅	6-OC ₂ H ₅	Na	"
15	"	H	3-CH ₃	4-CH ₃	5-CH ₃	Na	"

15.

20.

25.

386462



Ej. No	R	W	X	Y	Z	M (+)	Tono de color sobre poliámina
5. 16	$-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	2- CH_3	3- CH_3	5- CH_3	6- CH_3	Na	azul
17	"	H	H	3- $\text{C}(\text{CH}_3)_3$	5- $\text{C}(\text{CH}_3)_3$	Na	"
18	"	H	H	4- OC_4H_9	H	Na	azul verdoso
19	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_3 \end{array}$	H	4- CH_3	H	H	$\frac{1}{2}\text{Mg}$	"
10. 20	"	H	H	4-Br	H	Na	azul
21	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_3 \end{array}$	H	4- CH_3	3- OCH_3	H	Na	azul verdoso
22	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	H	"	H	H	Na	"
15. 23	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	H	"	H	H	Na	"
20. 24	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2 \\ \\ (\text{CH}_2)_3-\text{CH}_3 \end{array}$	H	"	H	H	Na	"
25	$-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}_3$	H	"	H	H	K	"
26	$\begin{array}{c} (\text{CH}_2)_{11} \\ \\ -\text{CH}_3 \end{array}$	H	"	H	H	NH_4	"
25. 27		H	4- C_4H_9	H	H	Na	azul
28		H	4- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	H	H	Na	"
29		H	4- CH_3	3- OCH_3	H	Na	azul verdoso



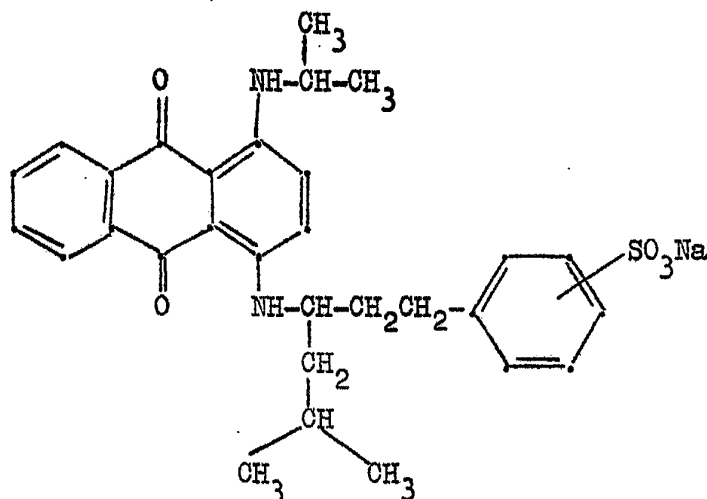
386462

TABLE I (cont.)

Ej. No	R	W	X	Y	Z	M ⁺	Tono de color sobre poliamida
30		H	4-CH ₃	H	H	Li	azul

EjemPlo 31

5 g del colorante de la fórmula



20. se disuelven en 1000 cc de diclorobenceno. Con la solución de colorante azul se fulardea un tejido mixto de lana-poliamida sintética 50/50 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime aproximadamente al 100% calculado sobre el peso seco del género, y se seca en corriente de aire caliente durante aproximadamente 1 minuto a 100°. La tinción

25. seca se fija a continuación durante 30 segundos a 160° con vapor saturado.

Se obtiene una tinción azul rojiza de color intenso y bien revelada con buenas propiedades de solidez a

386462



la luz y a la humedad.

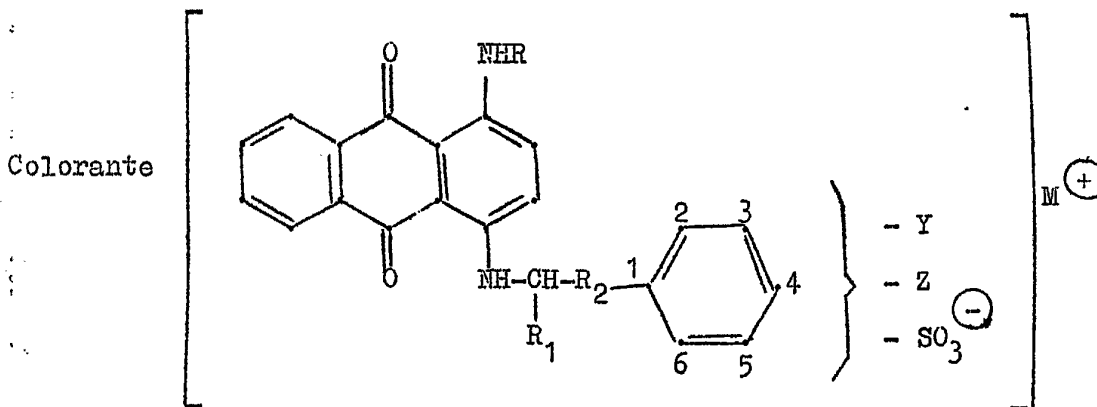
Se alcanza igual resultado, cuando en este ejemplo se substituyen los 1000 cc de diclorobenceno por el mismo volumen de tricloroetano, diclorometano, tricloroetileno o tetracloroetilano.

5.

Si se utiliza en lugar del colorante utilizado en este ejemplo, 5 g de uno de los colorantes indicados en la tabla II y en lugar del tejido mixto indicado un tejido de poliamida sintética, se obtiene, en usualmente igual forma

10. de trabajo, tinciones azul rojizas análogas.

TABLA II



20.

Ej. No	R	R ₁	R ₂	Y	Z	M (+)	Tono de color sobre poliamida sint ^a
32	-CH(CH ₃) ₂	-CH ₂ -CH(CH ₃) ₂	-CH ₂ -CH ₂	H	H	Li	azul rojizo
33	"	"	"	H	H	K	"
34	"	-CH ₃	"	2-CH ₃	5-CH ₃	Na	"
35	"	-CH ₂ -CH(CH ₃) ₂	"	4-CH ₃	H	Na	"
36	"	"	"	4-OCH ₃	H	Na	"
37	"	"	"	2-OCH ₃	5-OCH ₃	Na	"

25.

386462



TABLA II (cont.)

Ej. No	R	R ₁	R ₂	Y	Z	M (+)	Tono de color sobre poliámi da sint ^a
5. 38	$-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	4-Cl	H	Na	azul rojizo
39	"	"	"	2-Br	H	Na	"
40	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_3 \end{array}$	"	"	H	H	Na	"
10. 41	"	"	"	4- $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	H	Na	"
42	"	"	"	4- OC_4H_9	H	Na	"
43	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-$	H	H	Na	"
44	"	"	"	3- OC_4H_9	5- OC_4H_9	Na	"
15. 45	"	"	"	2- C_4H_9	5- C_4H_9	Na	"
46	$-(\text{CH}_2)_3-\text{CH}_3$	"	"	H	H	Na	"
47	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2 \\ \\ (\text{CH}_3)_2 \end{array}$	"	$-\text{CH}-\text{CH}_2-$	H	H	Na	"
20. 48	$-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	H	H	K	"
49	$-(\text{CH}_2)_{11}-\text{CH}_3$	"	"	H	H	NH_4	"
50		"	"	H	H	$\frac{1}{2}\text{Mg}$	"
25. 51		"	"	4- C_4H_9	H	K	"
52		$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-$	H	H	K	"



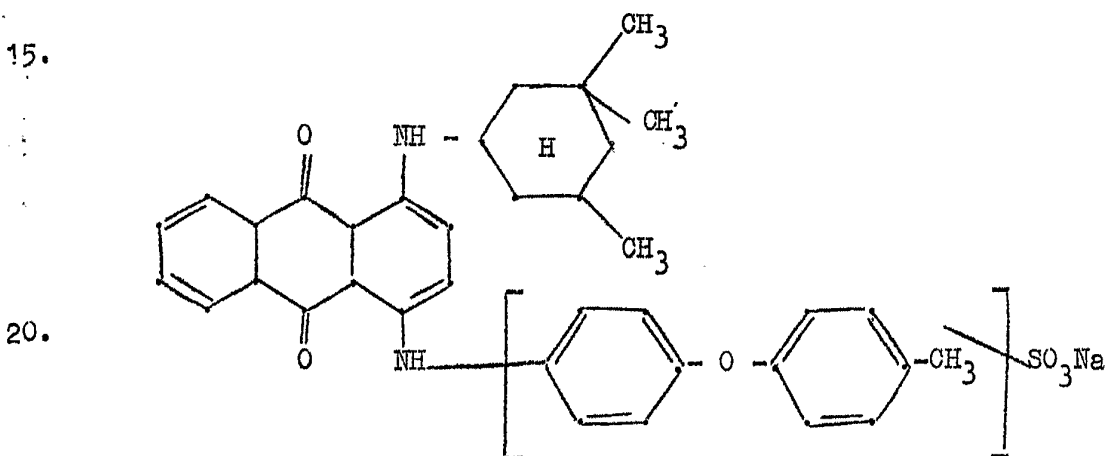
386462

TABLA II (cont.)

Ej. No	R	R ₁	R ₂	Y	Z	M ⁺	Tono de color sobre poliamida sintética	
5.								
53		-CH ₃	-CH ₂ -	CF ₃	H	Na	azul rojizo	
10.	54	-(CH ₂) ₁₁ -CH ₃	H	-CH-CH ₂ - CH ₃	H	H	Na	"

EJEMPLO 55

5 g del colorante de la fórmula



25.

se disuelven en 1000 cc de tricloroetileno. Con la solución de color azul clara obtenida se fulardea un tejido de filamento de poliamida-6.6 a temperatura ambiente, el tejido impregnado se exprime de un contenido de baño de aproximadamente el 70%, calculado sobre el peso seco del género, y se seca durante 1 minuto a unos 100°. La tinción seca se fija a continuación durante 15 segundos a 220° mediante calor por

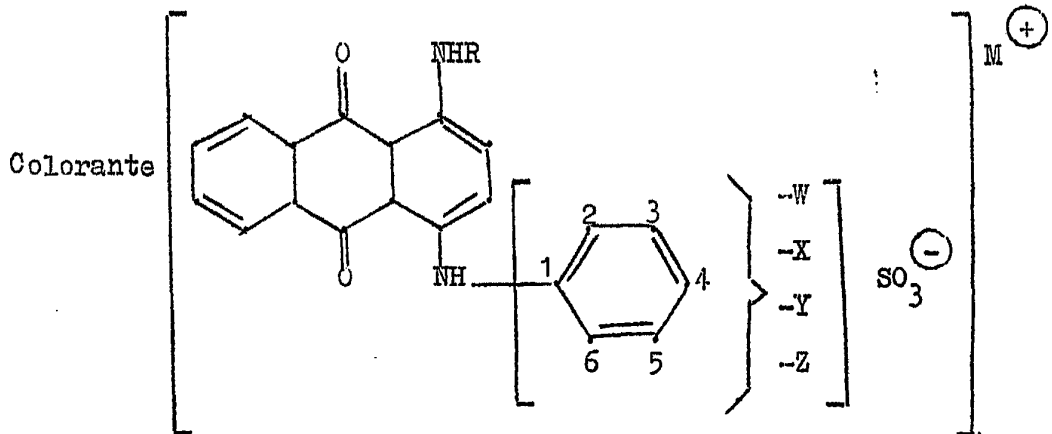
386462



contacto. Sin postratamiento se obtiene una tinción azul de color intenso, homogénea y bien revelada con muy buena solidez a la luz y a la humedad.

Si se utiliza en lugar del colorante citado en este ejemplo 5g de uno de los colorantes indicados en la tabla III y se procede usualmente a como se ha descrito, se obtiene en forma análoga, tinciones azules sobre tejido de filamento de poliamida-6.6.

TABLA III



20.

Ej. No	R	W	X	Y	Z	M(+)	Tono de color sobre poliamida
56		H		4-Cl	H	Na	azul
57	"	H		H	H	Na	"
58	"	H		H	H	Na	"

25.

386462



EJEMPLO 59

5. 0,05 g del colorante según el ejemplo 1 se disuelven en 99,5 g de tetracloroetileno. A 40° se introducen 5 g de tejido de mechas de poliamida-6.6, se calienta en sistema cerrado en el término de 10 minutos a 120° y se tiñe durante 30 minutos a esta temperatura. Tras el enjuagado en tetracloroetileno y secado en corriente de aire a 40° se obtiene una tinción azul verdosa de color intenso.

EJEMPLO 60

10. 0,05 g del colorante según el ejemplo 3 se disuelven en 2,5 g de agua, después de lo cual la solución obtenida se mezcla con 0,5 g de un emulgente que consta en esencia de la sal de ácido dodecibencensulfónico y de isopropoxipropilamina, y 97 g de tricloroetileno. Luego se introduce a 40° 5 g de franela de lana, se calienta en sistema cerrado en el término de 10 minutos a 100° y se tiñe durante 30 minutos a esta temperatura. A continuación se enjuaga y seca como en el ejemplo 59.

20. Se obtiene una tinción azul verdosa homogénea.

EJEMPLO 61

25. 0,05 g del colorante según el ejemplo 1 se disuelven en 100 g de tricloroetileno. A esta solución se adiciona a 20° 5 g de tejido de mechón de poliamida-6.6, se calienta en sistema cerrado en el término de 15 minutos a 100° y se tiñe todavía otros 20 minutos a esta temperatura.

La tinción se enjuaga con tricloroetileno y se seca a 40° en corriente de aire. Se obtiene una tinción azul verdosa.

386462



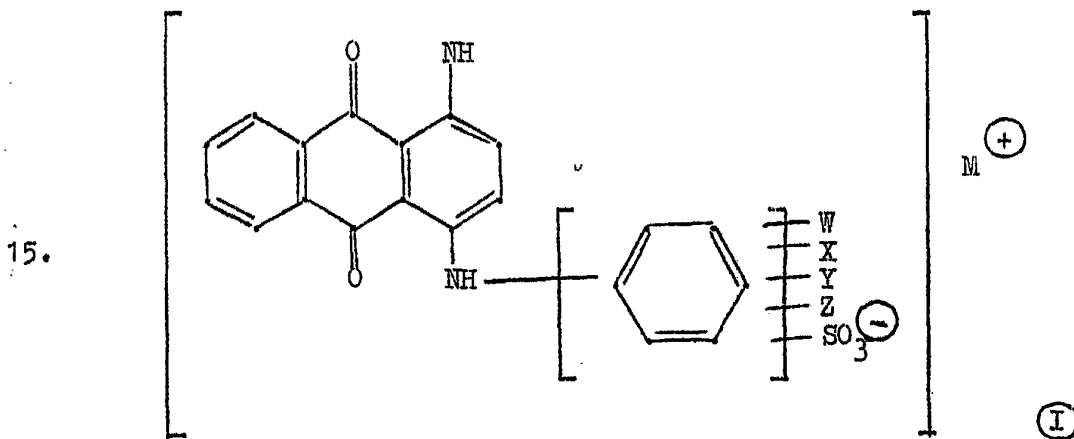
REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 18708/69 del 16 Diciembre de 1969.

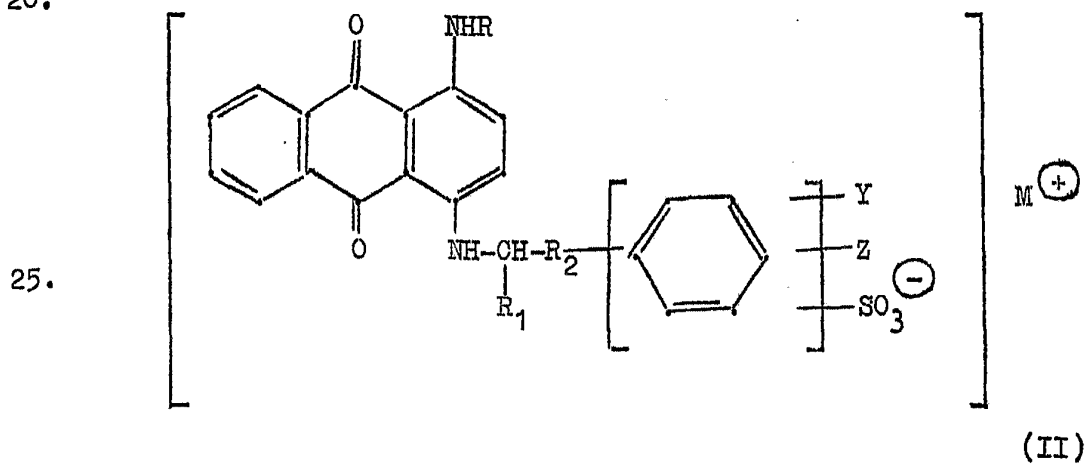
5.

1.- Procedimiento para teñir material fibroso conteniendo nitrógeno con colorantes aniónicos acuoso-solubles en disolventes orgánicos apróticos no polares, caracterizado porque se utiliza en calidad de colorantes aniónicos acuosolubles, los de las fórmulas I ó II

10.



20.



386462

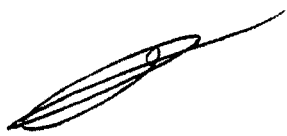


en las que

5. R significa un grupo alquílico con de 1 a 12 átomos de carbono o un radical ciclohexílico insustituído o sustituido mediante grupos alquílicos inferiores,
- R₁ significa hidrógeno o un grupo alquílico inferior,
- R₂ significa un radical alquilénico inferior,
- W significa hidrógeno o un grupo metílico,
- X significa hidrógeno, un grupo alquílico con de 1 a 12 átomos de carbono o el radical ciclohexílico,
10. Y significa hidrógeno, un grupo alquílico inferior, el grupo trifluorometílico, un grupo alcoxi inferior o un átomo de halógeno,
- Z significa hidrógeno, un grupo alquílico inferior o un grupo alcoxi inferior y
15. M⁽⁺⁾ significa un catión de metal alcalino, amonio o uno equivalente de semicarga de un catión de metal alcalinotérreo.

20. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza colorantes aniónicos acuosos lubles de la fórmula I, en la que R significa un grupo alquílico inferior o el radical ciclohexílico, W, X y Z significan hidrógeno, Y significa un grupo alquílico inferior o un átomo de halógeno y M⁽⁺⁾ significa un catión de metal alcalino.
- 25.

3.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza colorantes aniónicos acuosos solubles de la fórmula I, en la que R e Y significan un grupo alquílico inferior, W, X y Z significan hidrógeno y



386462



M⁽⁺⁾ significa el catión de sodio.

4.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza colorantes aniónicos acuosolubles de la fórmula II, en la que R y R₁ significan un grupo alquílico inferior, R₂ significa el radical dimetilénico, Y y Z significan hidrógeno y M⁽⁺⁾ un catión de metal alcalino.

5.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de disolvente aprótico no polar se utiliza hidrocarburos clorados alifáticos inferiores.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolventes orgánicos apróticos no polares, se utiliza: tetracloroetileno.


7.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de material fibroso conteniendo nitrógeno se utiliza poliamida sintética.

8.- Procedimiento para teñir material fibroso conteniendo nitrógeno.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 28 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 15 Diciembre 1970
JAIME ISERN

p. a. p. p.


Firmado: JOSE F. NIETO