

403 620

Case 1-7551+



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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR Y ESTAMPAR MATERIAL ORGANICO SINTETICO", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para teñir y estampar material orgánico sintético, especialmente material textil, con colorantes de difícil solubilidad en percloroetileno, a los preparados colorantes y baños tintóreos utilizables para ello y al material teñido o estampado por este procedimiento.

5.  
Se ha propuesto ya teñir el material textil, natural y sintético, con una emulsión de agua-en-aceite constituida por un disolvente orgánico líquido, no miscible con el agua, una solución o dispersión acuosa de un colorante soluble en agua o dispersable en agua que sea insoluble, o a lo sumo difícilmente soluble, en dicho disolvente y un compuesto tensioactivo, como emulgente.

BAD ORIGINAL



Sin embargo, para obtener por este procedimiento tinturas immaculadas hay que emulsionar siempre grandes cantidades de tensiuro, lo cual a su vez dificulta mucho la recuperación de los disolventes orgánicos. Por otra

5. parte, no se compensan las diferencias de afinidad ocasionadas por el material.

Dado que el agotamiento del baño tintóreo es la mayoría de las veces insuficiente cuando se emplean soluciones de colorantes en disolventes orgánicos, se ha propuesto ya también la adición gradual, durante el proceso tintóreo, de un disolvente que reduzca la solubilidad del colorante en el disolvente o la mezcla de disolventes, o bien de agua. No obstante, este procedimiento es complicado. Cuando se emplean

10. disolventes apolares, en particular hidrocarburos alifáticos halogenados, no combustibles, este procedimiento conocido tan sólo puede utilizarse con un número limitado de colorantes, porque la mayoría de los colorantes presentan en aquellos solubilidad demasiado baja.

20. Se ha recomendado ya además, para la tinción de material de fibra por el procedimiento de extracción, teñir los materiales de fibra con solubilizados de colorantes aniónicos en disolventes orgánicos, no miscibles con el agua, en los que el colorante esté disperso o solubilizado por medio de un tensiuro. Estos
25. procedimientos tienen la desventaja de que los colorantes aniónicos prenden insuficientemente, en particular a la poliamida natural, y de que las tinturas obtenidas de esta manera presentan propiedades insuficientes



1972

de solidez, especialmente mala solidez al sudor y al lavado.

Ahora se ha descubierto un procedimiento

5. que permite teñir y estampar material orgánico sintético en hidrocarburos alifáticos halogenados y obtener tinturas intensas, iguales y sólidas. El nuevo procedimiento consiste en teñir o estampar el material con un baño tintórico de hidrocarburo alifático halogenado, hirviente
10. te entre 60 y 180°C, que contiene a lo menos un colorante de dispersión, finamente dividido, el cual presenta en percloroetileno hirviente una solubilidad de 0,05% en peso a lo sumo (de preferencia, 0,03% en peso) y un tamaño de partículas de 5 micras a lo sumo.
15. Las propiedades de resistencia a la humedad de las tinturas así obtenidas corresponden a las de las tinturas que se obtienen con los colorantes de dispersión en baño acuoso.  

En calidad de hidrocarburos alifáticos halogenados hirvientes entre 60 y 180°C entran en cuenta para el procedimiento de este invento, por ejemplo: el cloroformo, el tetracloruro de carbono, el dicloroetano, el tricloroetano, el tetracloroetano, el pentacloroetano, el triclorotrifluoroetano, el dibromoetileno, el dicloropropano,
20. el tricloropropano, el pentacloropropano, el clorobutano, el diclorobutano y el diclorohexano. Particularmente ventajosos son los hidrocarburos clorados que hierven entre 70 y 130°C, como el tricloroetileno y en especial el tetracloroetileno ("percloroetileno").
25. En calidad de colorantes de dispersión utili-
- 30.



zables según este invento entran en consideración los colorantes orgánicos, siempre que presenten la solubilidad limitada <sup>en</sup> percloroetileno hirviente que se ha definido antes. Estos colorantes pueden pertenecer a las más di-

5. diversas clases de colorantes. Se trata, por ejemplo, de colorantes azoicos (en particular, monoazoicos y disazoicos), antraquinónicos, nitrosos, ftalocianínicos, metínicos, estirílicos, naftoquinónicos, naftoperinónicos, quinofthalónicos, perinónicos, oxacínicos, acridónicos o 5-amino-3-hidroxi-1,4-naftoquinonimínicos. Se prefieren los colorantes monoazoicos o disazoicos desmetalizados, los colorantes nitrosos, los colorantes metínicos y los colorantes antraquinónicos. Por colorantes se entienden también los aclaradores ópticos; por ejemplo, los aclaradores de las series metínica, azametínica, bencimidazólica, cumarínica, naftalimídica o pirazólica.
- 10.
- 15.

Las cantidades con que se emplean en los baños tintóreos los colorantes de dispersión finamente divididos y de difícil solubilidad en percloroetileno pueden variar dentro de amplios límites según la intensidad de colorido que se desee; pero en general han demostrado ser ventajosas cantidades de 0,001 a 10% en peso (respecto al material que se tiñe) de uno o más de dichos colorantes.

- 20.
25. A tenor de la definición, el tamaño de las partículas del colorante de dispersión debe hallarse por debajo de 5 micras, y preferentemente entre 0,1 y 3 micras. Esto puede conseguirse mediante desmenuzamiento mecánico (por ejemplo, en un aparato amasador,



pero de preferencia en un molino) del colorante junto con un dispersante y, eventualmente, cantidades menores de hidrocarburo alifático halogenado (en especial, percloroetileno). Particularmente aptos para este fin

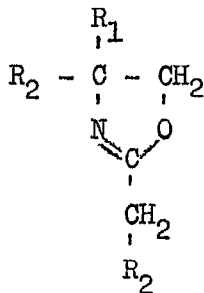
5. son los molinos de bolas o de arena.

En calidad de dispersantes entran en cuenta los tensiuros aniónicos, no ionógenos, catiónicos y anfólicicos corrientes en el comercio, los cuales es ventajoso que sean solubles en el disolvente de acuerdo con la definición, pero que no solubilicen el colorante. A título de dispersantes de especial aptitud cabe citar, por ejemplo:

10.

a) Las oxazolininas de la fórmula general

15.



20.

en la que

$R_1$  y  $R_2$  significan hidrógeno o un grupo alquílico inferior, eventualmente substituido, como  $CH_3-$ ,  $C_2H_5-$  -  $HOCH_2-$ ; mientras que

25.

$R_3$  significa un grupo alquílico o alquénilico con 7 a 20 átomos de carbono, como  $CH_3(CH_2)_7-$ ,  $CH_3(CH_2)_9-$ ,  $CH_3(CH_2)_{15}-$ ,  $CH_3(CH_2)_{15}-$ ,  $CH_3(CH_2)_{19}-$ ,  $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_6-$  y  $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_{10}-$



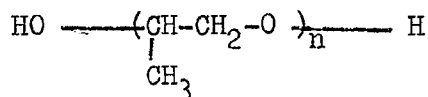
b) Las sulfobetainas poliméricas, como las que se describen en la patente francesa nº 1.578.934.

c) Los derivados de celulosa, especialmente etilcelulosa, hidroxietilcelulosa o etoxietilcelulosa.

5. d) Los ácidos grasos superiores, como el ácido esteárico, el ácido palmítico y, en especial, el ácido oleico.

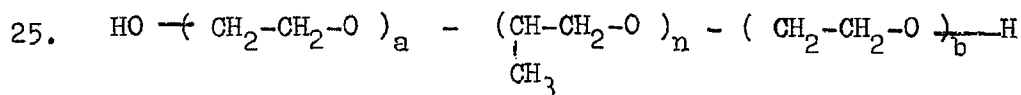
10. e) Las sales de níquel, cobre, zinc, circonio, estaño, aluminio y cobalto, designadas como jabones, de ácidos grasos con 10 a 20 átomos de carbono; por ejemplo, el estearato de circonio, el estearato de níquel, el ricinoleato de estaño, el oleato de níquel, el tripalmítico de aluminio, el estearato de cobre, el estearato de aluminio y, en especial, el estearato de cobalto.

15. f) Los compuestos de óxido de polipropileno de peso molecular alto, de la fórmula general



20. en la que

n significa los números 500 a 7000, o los productos de condensación mixtos constituidos por unidades de óxido de polipropileno y de óxido de polietileno, de la fórmula general



en la que

n significa los números 500 a 7000,



mientras que

- a y b significan números que, respecto al total de la molécula, están calculados de modo que  $-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_a + b$ , juntos, representen del 10 al 80% de toda la molécula.
5. g) Los productos de adición de óxidos de alquileo (en particular, óxido de etileno) a ácidos grasos superiores, amidas grasas, alcoholes alifáticos, mercaptanos o aminas o alquilfenoles cuyos radicales alquílicos presenten a lo menos 7 átomos de carbono. Se prefieren los productos de oxetilación de ácidos grasos, preferentemente con 12 a 22 átomos de carbono (por ejemplo, ácido láurico, ácido mirístico, ácido esteárico, ácido palmítico y ácido oleico) o alquilfenoles (como octilfenol, nonilfenol o dedecilfenol). El grado de oxetilación puede variar entre 4 y 50 moles de óxido de etileno por mol de compuesto oxetilable.
10. h) Los ésteres de polialcoholes, en particular de mono- o di-glicéridos de ácidos grasos (por ejemplo, los monoglicéridos del ácido láurico, del ácido esteárico, del ácido palmítico o del ácido oleico), lo mismo que los ésteres de ácido graso con alcoholes de azúcar, como la sorbita, los sorbitanos y la sacarosa; por ejemplo, el monolaurato de sorbitán
15. (Span 20), el palmitato de sorbitán (Span 40), el estearato de sorbitán (Span 60), el oleato de sorbitán (Span 80), el sesquioleato de sorbitán, el trioleato de sorbitán (Span 85) o sus productos de oxetilación.
20. i) Las sales amónicas cuaternarias (como el aceta-
- 25.



1972

to de dodecilamonio y el acetato de cetilpiridinio) o los ésteres poliglicólicos de alquilamonio cuaternizados, como los que se describen en la patente suiza nº 409.941; las sapaminas (como la sapamina CH, KW, MS o 5. OC), las resinas polidiónicas, las amidas de ácido graso o la polivinilpirrolidona.

k) Las poliamidas con peso molecular de 1000 a 8000, como las que se obtienen en el comercio con las designaciones de "Versamid 900, 930, 935, 940, 950, 961, 10. 962 y 963". Pero se emplean con preferencia los compuestos que contienen el grupo amídico unido en forma cíclica, como en los derivados de la polivinilpirrolidona, los cuales se obtienen en el comercio, por ejemplo, con la designación de "Antaron V 216 y V 220" y que 15. presentan un peso molecular de 7000 a 9000 aproximadamente.

Se emplean con preferencia los dispersantes no ionógenos, en particular los ésteres de ácido graso y sorbitán a los productos de condensación, de 20. peso molecular alto, de óxido de propileno y propilenglicol con óxido de etileno.

Si el desmenuzamiento mecánico se realiza en presencia de un hidrocarburo alifático halogenado, bastan en general cantidades de dispersante entre 10 25. y 200% en peso, y con ventaja entre 20 y 100% en peso, respecto a la cantidad del colorante. En ausencia de hidrocarburos alifáticos halogenados, las cantidades de dispersante se hallan entre 10 y 2000% en peso respecto a la cantidad de colorante, según que se prepa-



ren polvos o pastas.

El colorante finamente disperso consta pues de colorante finamente dividido, que es difícilmente soluble en percloroetileno hirviente, y de un dispersante, que es soluble en hidrocarburo alifático halogenado, pero no solubiliza el colorante.

La molturación se prosigue hasta que la parte principal de la cantidad de colorante utilizada presenta un tamaño de partículas de 5 micras a lo sumo. El punto máximo de la curva de distribución granular se halla en tal caso preferentemente por debajo de 1 micra. Después de separar el coadyuvante de la molturación (como la arena o las bolas de vidrio) por vía mecánica y, si es preciso, de enjuagar con un poco de percloroetileno, se obtienen preparados tintóreos estables, listos para usarlos directamente. A partir de estos preparados tintóreos se componen baños colorantes utilizables según este invento diluyendo hasta 1 litro, con un hidrocarburo alifático halogenado (con ventaja, el percloroetileno), 0,001 a 100 g de estos preparados colorantes, según la intensidad que se desee para la tintura.

El empleo de estos preparados colorantes en la preparación de baños tintóreos según este invento tiene la ventaja esencial de que los preparados son fáciles de manejar y de que el colorante, en el punto de ebullición del baño tintéreo, se halla en forma de división extraordinariamente fina y sobre todo en forma uniforme, con lo cual se logran tinturas homogéneas y



bien penetradas por el tinte, incluso en la tinción de cuerpos devanados, como, por ejemplo, las bobinas cruzadas.

Si es preciso el baño tintóreo utilizado

5. según este invento puede contener también espesantes, con ventaja/<sup>los</sup> que son solubles en el disolvente que se ha definido antes; por ejemplo, espesantes a base de ésteres de celulosa, ésteres de polivinilo o alcohol polivinílico.
10. Los baños tintóreos de este invento son aptos para teñir y estampar material orgánico sintético de las mas diversas clases por procedimientos ya conocidos. Entran en consideración, por ejemplo, los materiales fibrosos de poliamida sintética, como los productos de condensación de hexametildiamina y ácido adípico (poliamida 6,6) o ácido sebácico (poliamida 6,10), o los productos de condensación mixtos, por ejemplo a base de hexametildiamina, ácido adípico y epsilon-caprolactama (poliamida 6,6/6), lo mismo que
15. los productos de polimerización a base de epsilon-caprolactama conocidos con los nombres comerciales de "Polyamida 6", "Perlon", "Grilon" o "Enkalon", o a base de ácido omega-aminoundecánico, como "Polyamid 11" y "Rilsan".
20. Sin embargo, entran particularmente en consideración los materiales de poliéster, como los ésteres lineales y de peso molecular alto de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales; por ejemplo, los de ácido tereftálico y etilenglicol
- 25.



o dimetilolciclohexano, y los polímeros mixtos a base de ácido tereftálico e isoftálico y etilenglicol.

También son utilizables las mezclas de las citadas fibras, en particular las mezclas de fibras de poliamidas sintéticas y poliésteres.

5. El procedimiento de este invento, que se realiza preferentemente en instalaciones cerradas resistentes a la presión (por ejemplo, en aparatos de circulación, máquinas Jet, devanadoras, teñidores de tambor, artesas, batanadoras, aparatos para bobinas cruzadas, etcétera), puede llevarse a cabo, por ejemplo, de la manera siguiente: Se diluye el preparado tintóreo, finamente disperso, con hidrocarburo alifático halogenado (ventajosamente, con percloroetileno)
10. hasta la concentración de colorantes deseada y en el baño tintoreo así obtenido, a la temperatura del ambiente y en la relación de líquido más o menos de 1:3 a 1:50 (de preferencia, 1:5 a 1:20), se introduce el género que se ha de teñir. Luego se calienta el baño tintóreo hasta 70-150°C (con ventaja, entre 95 y 130°C)
15. y se le mantiene a esta temperatura por unos 15 a 120 minutos (con ventaja, 10 a 45 minutos). Una vez alcanzada la intensidad de colorido deseada o agotado por completo el baño tintóreo, se enfría éste, se retira del baño el género teñido y, si es preciso después de breve enjuague con disolvente orgánico fresco, se le seca.
20. 25.

Operando en continuo, la impregnación del material orgánico sintético con el baño tintóreo según este invento se realiza, por ejemplo, mediante estampa-



1972

- ción, recubrimiento o rociado, pero preferentemente mediante fulardeo. Después de la exposición del material fibroso impregnado hasta una retención de líquido de 40 a 120% y, si se quiere, de un secado intermedio (por ejemplo, a 80°C), se somete el material tratado a un
5. tratamiento de calor seco a temperatura de 150 a 250°C durante 30 a 120 segundos.
- El empleo de hidrocarburos alifáticos halogenados como baño tintóreo, en lugar de agua, aporta consigo una serie de ventajas: en el procedimiento de extracción, el agotamiento del baño se realiza más pronto y además el disolvente se recupera con facilidad, por lo cual se evitan las dificultades, que cada vez resultan más engorrosas, del tratamiento de las aguas residuales. Por
10. otra parte, siempre que se disponga de las instalaciones apropiadas para ello, con ayuda del procedimiento de este invento se logra teñir o estampar de manera conservadora, sin presencia de lavazas y con extraordinario rendimiento colorante, material orgánico sintético en los más
15. diversos estadios de elaboración; por ejemplo, en forma de copos, peinado, filamento, hilos texturizados, tejido o género de punto. De este modo se consiguen tinturas y estampados sólidos, de colorido intenso, uniformes y bien desarrollados. Gracias al buen agotamiento
20. de los baños, en la mayoría de los casos no hay necesidad de la limpieza ulterior del género teñido. Sobre poliéster, en particular, se obtienen tinturas sin velo gris, de gran solidez a la sublimación y buena compensación de las diferencias de afinidad ocasionadas por el
- 25.



material

Los ejemplos que siguen sirven para ilustrar el invento. En ellos, las temperaturas estan expresadas en grados centígrados.

5.

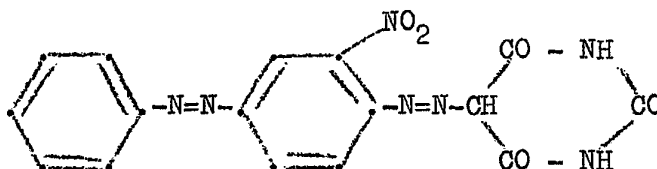
EJEMPLOS

A) Preparados tintóreos

Ejemplo 1

En un molino de bolas de curso rápido, con perlas de vidrio (de 1 mm de diámetro), se muelen 10 g del colorante de la fórmula

10.



15.

2 g de etilcelulosa y 300 g de tetracloroetileno, hasta que el tamaño de las partículas del colorante es de 1 a 3 micras. A continuación se separa por filtración la pasta fluida de las perlas de vidrio y se enjuagan éstas con tetracloroetileno hasta que el peso del filtrado es de 500 g. El preparado tintóreo así obtenido es muy estable y está listo para usarlo directamente.

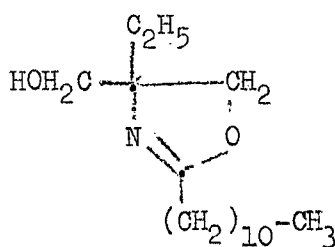
20.

Si en lugar de los 2 g de etilcelulosa se emplean los dispersantes indicados en la columna II de la tabla I que sigue, en las cantidades que se indican en la columna III, y se procede en lo demás tal como se ha expuesto en este ejemplo, se obtienen igualmente preparados tintóreos listos para usarlos directamente.

25.



TABLA I

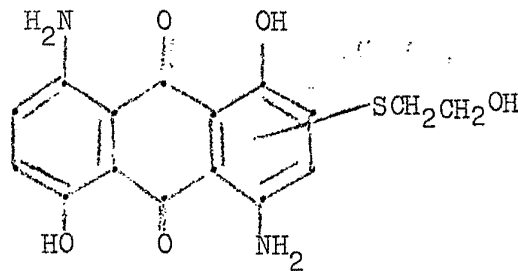
I	II	III
Ejemplo Nº	Dispersantes	Cantidad (gramos [g])
5.	Pluronic P 104 (de la Wyandotte, de Estados Unidos)  Compuesto polioxipropilén-polioxi- etilénico, de peso molecular 5500	10
10.	Sulfobetaina polimérica según el Ejemplo 1 de la patente francesa 1.578.934	10
	Estearato de cobalto	10
15.		10

20.

Ejemplo 6

En un molino de arena de curso rápido se mue-  
 len 50 g del colorante de la fórmula

25.





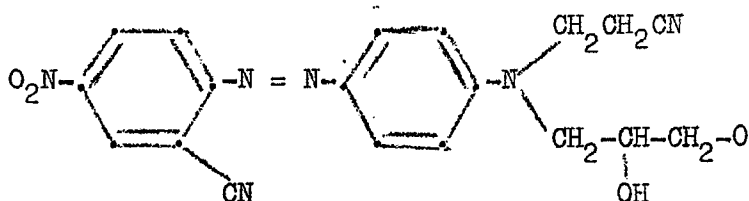
475 g de sesquioleato de sorbitán y 475 g de trioleato de sorbitán, hasta que el tamaño de las partículas del colorante es inferior a 5 micras. Después de separar la arena por vía mecánica, se obtiene un preparado tintóreo muy estable y listo para usarlo directamente.

5.

Ejemplo 7

En un micromolino se muelen durante 6 horas 50 g del colorante de la fórmula

10.



50 g de polivinilpirrolidona modificada (Antaron V 216) y 900 g de tetracloroetileno, hasta que las partículas del colorante tienen un tamaño de 1 a 3 micras. Luego se deja derramar el material molido y se obtiene un preparado tintóreo listo para usarlo directamente y que puede almacenarse.

15.

20.

Ejemplo 8

Si en el Ejemplo 6 se emplean en lugar de los 475 g de sesquioleato de sorbitán y los 475 g de trioleato de sorbitán 950 g de ácido oleico y se procede en lo demás de manera análoga a la indicada en el Ejemplo 6, se obtiene igualmente un preparado tintóreo listo para el uso directo.

25.

Ejemplo 9

En un aparato Fibrator cargado de bolas de vidrio se muelen 10 g del colorante según el Ejemplo 1,



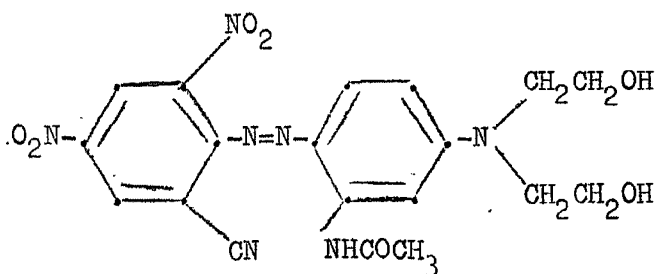
1972

10 g de dispersante Pluronic P 104 según el Ejemplo 2 y 80 g de tetracloroetileno, hasta que el tamaño de las partículas del colorante es de 1 a 3 micras. Después de separar las bolas de vidrio, se obtiene un preparado tintóreo al 10%, apto para el almacenamiento.

Ejemplo 10

Se muelen durante 6 horas en un micromolino 6 g del colorante de la fórmula

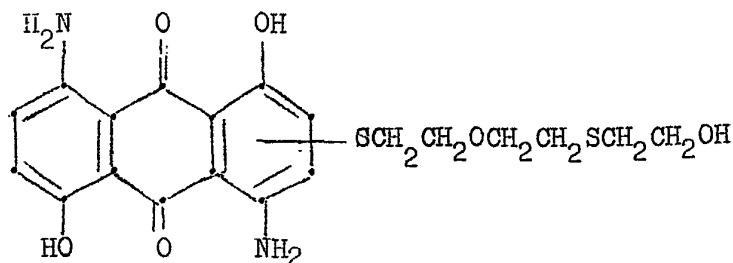
10.



15.

y 3 g del colorante de la fórmula

20.



25.

junto con 85,5 g de sesquioleato de sorbitan y 85,5 g de oleato de sorbitan, hasta un tamaño de partículas de 1 a 5 micras. Después de enjuagar el micromolino con 720 g de tetracloroetileno, se obtiene un preparado tintóreo listo para el uso directo y capaz de almacenamiento.

30.

Los colorantes que se rosefian en la columna II de la tabla II que sigue pueden transformarse, por uno de los procedimientos que se han descrito en los Ejemplos 1 a 10, en preparados tintóreos aptos para el almacenamiento.



TABLA II

I Ejem plo No	II Colorante	III Matiz
5.		amarillo
10.		id.
15.		id.
20.		id.
25.		azul
25.		rojo



5.

10.

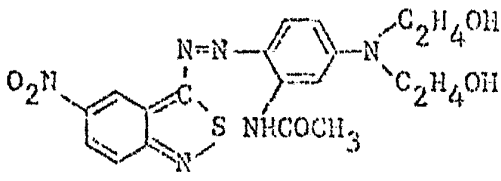
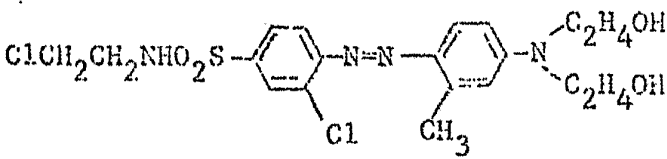
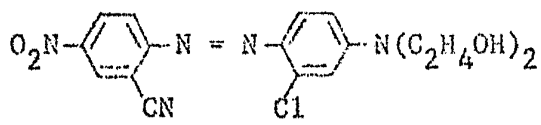
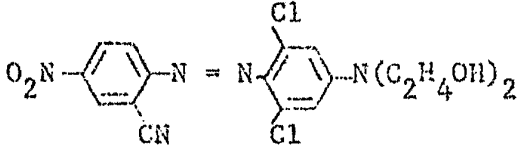
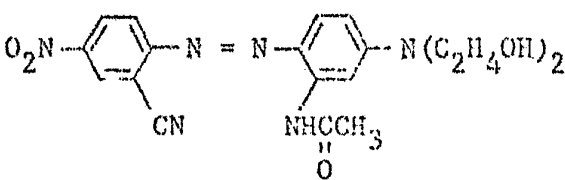
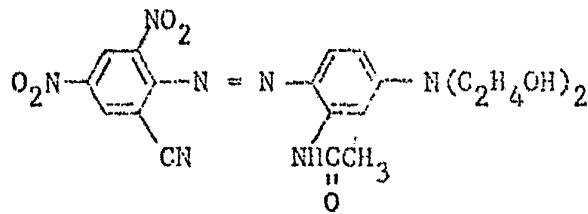
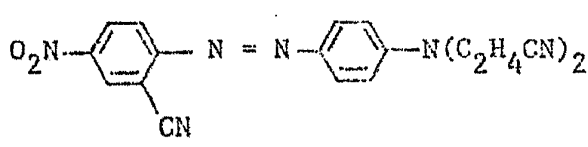
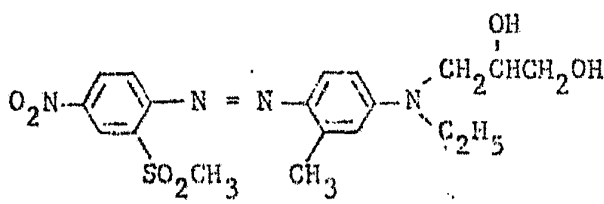
15.

20.

25.

I Ejem plo Nº	II Colorante	III Matiz
17	<chem>CC(=O)N(C)c1ccc(cc1)/N=N/c2cc(Cl)cc(Cl)c2</chem>	amarillo
18	<chem>CC(=O)N(CCO)c1ccc(cc1)/N=N/c2ccc(C#N)cc2[N+](=O)[O-]</chem>	rojo
19	<chem>CC(=O)N(C)C(O)c1ccc(cc1)/N=N/c2ccc(C#N)cc2[N+](=O)[O-]</chem>	id.
20	<chem>CC(=O)Nc1ccc(cc1)/N=N/c2ccc(N)cc2[N+](=O)[O-]</chem>	id.
21	<chem>CN(C)S(=O)(=O)c1ccc(cc1)/N=N/c2c(C#N)c(O)c(O)c2</chem>	amarillo
22	<chem>NC1=CC=C2C(=O)C(=O)C=C(C1)C(=O)N2CCO</chem>	azul
23	<chem>CC(=O)NCCc1ccc(cc1)/N=N/c2c(C#N)c(O)c(O)c2NCC(=O)C</chem>	amarillo



I Ejempl plo Nº	II Colorante	III Matiz
5.	<p>31</p> 	<p>azul</p>
10.	<p>32</p> 	<p>rojo</p>
15.	<p>33</p> 	<p>id.</p>
15.	<p>34</p> 	<p>pardo</p>
20.	<p>35</p> 	<p>rojo</p>
25.	<p>36</p> 	<p>azul</p>
	<p>37</p> 	<p>rojo</p>
	<p>38</p> 	<p>violado</p>



5.

Ejemplo No	I Colorante	III Matiz
39		violado
40		rojo
41		rojo azulado
42		violado
43		azul
44		violado

10.

15.

20.

25.



I Ejem plo No	II Colorante	III Matiz
5.		azul
10.		azul
15.		violado
20.		id.
25.		rojo
50.		rojo



## B) Procedimiento tintóreo

### Ejemplo 51

- En la relación de líquido de 1:10 y a la temperatura del ambiente se introducen 100 g de tejido de poliamida 6,6 en un baño tintóreo que se ha obtenido dispersando en 980 cc de tetracloroetileno 20 g del preparado tintóreo según el Ejemplo 32. Se calienta el baño tintóreo a 121° con movimiento continuado del género que se tinte y se lo mantiene por 30 minutos en el punto de ebullición del tetracloroetileno. Después del enfriamiento, se enjuaga a 80° con tetracloroetileno que contiene 0,25% de triamida de ácido hexametilfosfórico, se vuelve a enjuagar con tetracloroetileno caliente a 80° y a continuación se seca.
5. Se obtiene una tintura roja, sólida a la humedad y al frote.
10. Si en vez del tetracloroetileno se emplea la misma cantidad de tricloroetileno, se obtienen resultados igualmente buenos.
15. Si en vez del preparado tintóreo según el Ejemplo 32 se emplean las cantidades correspondientes de los preparados tintóreos según los Ejemplos 11 a 15, 17, 18, 20 a 22 y 24 a 30 y se procede en lo demás tal como se ha indicado en este Ejemplo 51, se obtienen sobre tejido de poliamida tinturas de propiedades semejantes y con los matices que se exponen en la última columna de la tabla II.
20. Se obtienen sobre tejido de poliamida tinturas de propiedades semejantes y con los matices que se exponen en la última columna de la tabla II.
- 25.

### Ejemplo 52

Con los preparados tintóreos descritos en



- los Ejemplos 6, 7 y 9 se prepara 1 litro de un baño tintóreo que contiene en tetracloroetileno 0,05% del colorante según el Ejemplo 9, o respectivamente 0,015% del colorante según el Ejemplo 7, o respectivamente
5. 0,015 % del colorante según el Ejemplo 6, como colorante puro. A 50°, se introducen en este baño tintóreo 100 g de material de poliéster texturizado, fijado previamente, se calienta hasta 120° en el curso de 15 minutos y se tinte a esta temperatura durante 30 minutos.
10. Luego se suelta el baño y se trata el material durante 5 minutos, a 90°, con 1 litro de una solución de 0,25% de triamida de ácido hexametilfosfórico en tetracloroetileno, se descarga el baño y se enagua el material con tetracloroetileno puro.
15. Después de seca, se obtiene una tintura olivácea, sin barrado, que presenta excelente solidez a la humedad, al frote, a la sublimación y a la luz.
- Si en vez de los preparados tintóreos según los Ejemplos 6, 7 y 9 se emplean las cantidades correspondientes de los preparados tintóreos de los Ejemplos 11 a 31 y 33 a 50 y se procede en lo demás
20. tal como se ha indicado en este Ejemplo 52, se obtienen sobre el material de poliéster tinturas de propiedades semejantes y con los maticos que se exponen en la
25. última columna de la tabla II.

Ejemplo 53

Se diluyen hasta 5000 cc con tetracloroetileno 50 g del preparado colorante compuesto en el Ejemplo 7 y el baño tintóreo así obtenido se hace circular



- por bombeo en un aparato de teñir cerrado, en el que el material de bobinas cruzadas para teñir se halla en forma de 500 g de hilo de poliéster texturizado. Haciendo circular continuamente el baño, se calienta éste en el curso de 15 minutos hasta la temperatura de ebullición del tetracloroetileno y se tiñe durante 15 minutos. El tratamiento ulterior se efectúa de manera análoga a la del Ejemplo 51. Se obtiene una bobina cruzada roja, teñida con igualdad y en la que es notable la buena penetración del tinte en el material de fibra.
- 5.
- 10.

Ejemplo 54

- Se dispersan en 1 litro de tetracloroetileno 200 g del preparado tintóreo según el Ejemplo 26. Con esta dispersión se impregna un tejido de tereftalato de polietilenglicol, a la temperatura del ambiente. Luego se exprime, hasta un contenido aproximado de 100% de solución (respecto al peso en peso del género), el género impregnado y se le seca a temperatura de 40 a 80°. A continuación se termofija el tejido a 210° durante 1 minuto y se le somete al tratamiento final ordinario.
- 15.
- 20.

Se obtiene una tintura roja de colorido intenso, homogénea y bien desarrollada.

= .. =

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 suiza nº 8405/71 del 9 de Junio de 1971.
- 25.



REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para teñir y estampar material orgánico sintético, caracterizado por teñirse o estamparse el material con un baño tintóreo de hidrocarburo alifático halogenado, hirviente entre 60 y 180°C,
5. que contiene a lo menos un colorante de dispersión finamente dividido, el cual presenta en percloroetileno hirviente una solubilidad de 0,05% en peso a lo sumo y un tamaño de partículas de 5 micras a lo sumo.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de hidrocarburos alifáticos halogenados, clorohidrocarburos que hierven entre 70 y 130°C.
15. 3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse tricloroetileno o, en particular, tetracloroetileno.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por emplearse, en calidad de colorante de dispersión finamente dividido, en particular un colorante monoazoico o disazoico desmetalizado, un colorante nitroso, un colorante metínico o un colorante antraquinónico.
25. 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el colorante de dispersión finamente dividido es de difícil solubilidad en percloroetileno hirviente y contiene un dispersante que es soluble en los hidrocarburos alifáticos halogena-



403620

dos, pero no solubiliza el colorante.

5. 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por emplearse, en calidad de dispersante, un dispersante no ionógeno, en particular ésteres de ácido graso y sorbitán o productos de condensación, de peso molecular alto, de óxido de propileno y propilenglicol con óxido de etileno.

10. 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de material orgánico sintético, material de fibra de poliéster o de poliamida.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por emplearse material de fibra de poliéster.

15. 9.- Procedimiento para teñir y estampar material orgánico sintético.

10.- Procedimiento para la obtención de preparados tintóreos.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 27 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 8 de Junio de 1972.

P.a. JAIME ISERN

P. P.

Firmado: JOSE F. NIETO