

417485

Fc. 9-7-75

-2 AG

Int. Cl.:	D06P



417485

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA EL TEÑIDO DISCONTINUO DE UNIONES DE
MATERIALES TEXTILES DE POLIESTER AROMATICO Y MATERIALES
TEXTILES CELULOSICOS.

=====

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

=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento
para el teñido discontinuo de uniones de materiales texti-
les de poliésteres aromáticos y materiales textiles celu-
lósicos.

5. De acuerdo con la invención se proporciona un

417485

- 2 -



5. procedimiento para el tejido discontinuo de uniones de materiales textiles de poliésteres aromáticos y materiales textiles celulósicos, que comprende la inmersión de dichas uniones textiles en un licor acuoso que contiene una sal alcalina de un colorante disperso que contiene al menos un grupo ácido carboxílico, sulfamoiarilo o ceto-enol tautomérico, pero que está libre de grupos ácido sulfónico, y la adición de un ácido para rebajar el pH del licor por debajo de 7, y con un licor acuoso que contiene un colorante reactivo soluble en agua para la porción textil celulósica de la unión que sea capaz de formar un enlace covalente con la celulosa bajo condiciones neutras o alcalinas, y un álcali.

10. En la realización del proceso de la invención, el colorante disperso puede aplicarse antes que el colorante reactivo, y viceversa, o pueden aplicarse conjuntamente los dos tipos de colorantes.

15. De este modo, en la realización del proceso de la invención mediante el método de tejido por agotamiento, la unión puede sumergirse en un baño de tejido acuoso que contiene una sal alcalina del colorante disperso, añadirse ácido para rebajar el pH del baño a un valor inferior a 7 y con preferencia a 3 - 5, y efectuar el tejido a una temperatura de 60 - 140°C para teñir la porción de poliéster de la unión. El baño de tejido puede enfriarse entonces a una temperatura inferior a 80°C, añadirse entonces el colorante reactivo y el álcali y efectuar el tejido de la porción celulósica de la unión, opcionalmente en presencia de sales inorgánicas. Alternativamente, después de que ha sido teñida la porción textil sintética de la mezcla, la unión puede transferirse a un baño de tejido fresco que contiene el colorante reactivo y el álca-
- 20.
- 25.
- 30.



li y llevar a cabo el teñido de la porción celulósica. La unión teñida se enjuaga entonces en agua a temperaturas que oscilan hasta el punto de ebullición, opcionalmente en presencia de álcali y/o un surfactante, secándose a continuación.

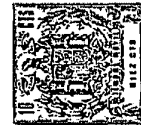
5. Alternativamente, la unión puede sumergirse en un baño de teñido que contiene la sal alcalina de un colorante disperso, el colorante reactivo y un álcali, y efectuarse el teñido de la celulosa. Cuando se ha completado esta operación, el pH del baño de teñido se reduce a un valor inferior a 7
10. y con preferencia se ajusta a un valor de 3 - 5, mediante la adición de ácido, y el teñido de la porción textil sintética de la mezcla se efectúa en la región de 60 - 140°C. Una vez completado el proceso de teñido, la unión se enjuaga en una solución acuosa de un álcali a temperaturas que van hasta el
15. punto de ebullición al objeto de separar el colorante no fijado de la superficie de la unión, se enjuaga en agua y se seca entonces.

- Otra alternativa consiste en teñir primeramente la unión con el colorante reactivo bajo condiciones alcalinas,
20. reduciéndose entonces opcionalmente el pH a un valor de 7 y poniendo en contacto a continuación la unión con un licor que contiene una sal alcalina del colorante disperso, rebajándose el pH a un valor inferior a 7, con preferencia a
25. 3 - 5, mediante la adición de ácido, y efectuando entonces el teñido a 60 - 140°C. La unión teñida se enjuaga entonces en una solución acuosa de un álcali a temperaturas que van hasta el punto de ebullición, opcionalmente en presencia de un surfactante, tras lo cual se seca.

- Los colorantes dispersos que pueden ser empleados
30. en el proceso de la invención, pueden consistir en cualquier

417485

- 4 -



5. colorante disperso de las series mono- o poliazó, antraquinona, nitro, metina, azometina, trifenilmetano, estirilo, naftoestirilo, isoindolina, indofenol, quinofталona, naftazarina, oxazina, cumarina, naftoquinona, naftoquinonimina, perinona, ftaloperinona, benzotioxanteno, acridona, benzantrona, antrapiridina, antrapirimidina, antrapiridona, antrapirimidona, pirazolantrona, isoxazolantrona, isotiazolantrona o ftaloil-acridona, que esté libre de grupos ácido sulfónico y que sea capaz de formar una sal alcalina en virtud de la presencia en
10. la molécula de colorante de por lo menos una mitad ácido carboxílico, sulfamoilarilo y/o ceto-enol tautomérica (es decir un grupo $-COCH_2$ enolizable).

15. El término "sulfamoilarilo" quiere dar a entender un residuo aromático al cual está unido directamente un grupo $-SO_2NH_2$.

20. Es esencial para la operación de la invención, por ejemplo, para evitar cambios en tonalidad, que los grupos carboxi, hidroxil, sulfamoilo o ceto-enol no se disocien en un grado sustancial, es decir en no más del 20 %) de la molécula colorante durante el proceso de teñido, ya que de otro modo se tendrían dificultades a la hora de separar el colorante sin fijar de la superficie del material textil.

25. Los colorantes dispersos que contienen grupos carboxi, de las series azo, antraquinona, nitro, metina y quinafталona, que pueden emplearse en el proceso de la invención, ya han sido descritos en la solicitud de patente alemana nº 7.009.377. Adicionalmente, los colorantes análogos a los descritos en la solicitud de patente alemana nº 7.009.377 en donde el grupo o grupos ácido carboxílico son reemplazados por
30. residuos sulfamoilo ligados con grupos arilo, son también ade-



- cuados para utilizarse en el proceso de la invención, a condición de que sean capaces de formar las sales alcalinas en virtud de la presencia de los grupos antes mencionados. En adición, para las personas expertas en química orgánica sintética serán evidentes otras estructuras relacionadas que contienen los grupos antes mencionados y que forman sales alcalinas. Dichos colorantes pueden obtenerse por métodos convencionales a partir de los intermediarios adecuados.
5. Los colorantes dispersos preferidos son aquellos que contienen uno o más grupos carboxi y sobre todo los colorantes azóicos que contienen uno o más grupos carboxi.
10. Como ejemplos de agentes alcalinos que pueden ser empleados para preparar las sales alcalinas del colorante disperso o que se utilizan ulteriormente para separar el colorante disperso sin fijar de la superficie del material textil, pueden mencionarse los hidróxidos metálicos tales como hidróxidos de sodio y potasio, carbonatos de metales alcalinos tales como carbonatos y bicarbonatos de sodio y potasio, sales alcalinas de ácidos inorgánicos tales como borato sódico, silicato sódico y fosfato trisódico, amoniaco, aminas orgánicas tales como dietilamina y trietilamina, hidróxidos de amonio cuaternario y bases heterocíclicas.
15. Como ejemplos de ácidos que pueden ser empleados para rebajar el pH del baño de teñido inicialmente alcalino que contiene el colorante disperso, pueden mencionarse los ácidos inorgánicos tales como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido bórico y ácido sulfámico, sales ácidas tales como dihidrogenofosfato de sodio o potasio e hidrogenotartrato de potasio, y ácidos carboxílicos o sulfónicos orgánicos, tales como los ácidos fórmico, acético, propió-
- 20.
- 25.
- 30.

417485

- 6 -



nico, cítrico, tartárico, dicloroacético, monocloroacético, glicólico, oxálico, benzoico, salicílico, bencenosulfónico y naftaleno-mono- y di-sulfónico.

5. Aunque la adición del ácido al baño de teñido inicialmente alcalino precipita normalmente el colorante en una forma estable finamente dividida, a veces se ha encontrado que el colorante precipitado tiene una tendencia a cristalizar o a agregarse o flocular en el baño de teñido. Si esto ocurre se obtendrán entonces teñidos desiguales y/o un bajo agotamiento del colorante sobre el material textil. Estos inconvenientes pueden salvarse mediante la adición de una pequeña cantidad de un agente dispersante aniónico y/o no iónico al baño de teñido antes de la adición del ácido ya que la presencia de dicho agente mantiene al colorante precipitado en una forma estable finamente dividida. La gama preferida de dicho agente con respecto al colorante, es del orden de 0,1 a 1 parte de agente por cada parte de colorante.
- 10.
- 15.

- Los agentes dispersantes no iónicos que pueden usarse para esta finalidad, incluyen condensados de óxido de etileno con alcoholes, aminas, amidas o fenoles, mientras que los agentes dispersantes aniónicos incluyen sales amónicas o de metales alcalinos, solubles en agua, de ésteres de ácido sulfúrico y alcoholes grasos, ésteres de ácido sulfúrico de condensados de óxido de etileno, alquilsulfonatos, alquilarilsulfonatos o ésteres de ácidos alquilsulfosuccínicos.
- 20.
- 25.

- Los colorantes reactivos empleados en el proceso de la invención puede ser cualquier colorante soluble en agua que contenga al menos un átomo o grupo que sea capaz de reaccionar, bajo condiciones neutras o alcalinas, con los grupos hidroxil presentes en los materiales textiles celulósicos por
- 30.



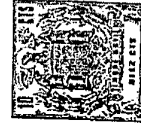
- lo que el colorante llega a unirse a las moléculas de celulosa a través de enlaces químicos covalentes. Dichos colorantes son con preferencia colorantes de las series azóica, incluyendo las series monoazóica y poliazóica así como los tintes metalizados, antraquinónica, formazánica, trifendioxazínica, nitro y ftalocianínica, conteniendo uno o más átomos o grupos reactivos, tales como acriloilamino, vinilsulfonilo, β -sulfatoetil-sulfonilo, β -bromoetilsulfonilo, β -cloroetilsulfonilo, β -(cloro o bromo)etilsulfamilo, mono- y dihalogenoquinoxalilo y más especialmente di- y tri-(cloro o bromo)pirimidilamino y sobre todo 4:6-di(cloro o bromo)-1:3:5-triazin-2-ilamino y 4-(cloro o bromo)-1:3:5-triazin-2-ilamino en donde la posición 6 del anillo triazina está sustituida por grupos hidroxilo, mercapto o amino, opcionalmente sustituidos, tales como metoxi, etoxi, fenoxi, sulfofenoxi, nitrofenoxi, metilmercapto, fenilmercapto, metilamino, dimetilamino, bencilamino, ciclohexilamino y anilino, y derivados sulfo y carboxi de los mismos. Dichos colorantes pueden prepararse por métodos convencionales, por ejemplo por acilación de los correspondientes colorantes que contienen grupos amino con agentes acilantes que contienen sistemas reactivos, tales como cloruro cianúrico, 6-metoxi-2:4-dicloro-1:3:5-triazina, 2:4:6-tricloropirimidina y 2:4:5:6-tetracloropirimidina.

- Los álcalis que pueden ser empleados en combinación con el colorante reactivo, cuando se tinte el material textil celulósico, ya han sido totalmente descritos en la técnica anterior e incluyen carbonatos, bicarbonatos, hidróxidos y silicatos de metales alcalinos, fosfatos de disodio y trisodio y fosfatos de dipotasio y tripotasio.

- Si el proceso de la invención se efectúa de manera

417485

- 8 -

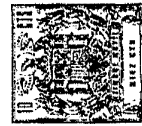


- tal que el colorante disperso se aplica (bajo condiciones ácidas) después de la aplicación del colorante reactivo, es esencial entonces que el material textil así teñido sea sometido a un aclarado en una solución acuosa de un álcali, para eliminar cualquier colorante sin fijar de la superficie del material textil. Sin embargo, cuando el colorante reactivo se aplica después del colorante disperso, las condiciones alcalinas necesarias para fijar el colorante reactivo eliminarán simultáneamente cualquier colorante disperso no fijado, de modo que normalmente no es necesario un aclarado separado en una solución acuosa de un álcali.
- 5.
- 10.

- Debido a que los colorantes empleados según la presente invención son solubles bajo condiciones acuosas alcalinas, cualquier partícula de colorante que se adhiera a la superficie de la fibra o a la maquinaria de teñido, puede lavarse sin dificultad en la solución alcalina final. Dicha operación es más barata, más rápida y más eficaz que las operaciones de reducción por aclarado utilizadas normalmente para los colorantes dispersos convencionales.
- 15.

- El hecho de evitar el aclarado por reducción, incluso a fuertes profundidades de colorantes aplicados, se traduce en licores de lavado que no contienen agentes reductores alcalinos y en consecuencia ningún fragmento de colorante reducido con sus elevadas demandas de oxígeno biológico asociadas.
- 20.
- 25.

- Adicionalmente, la corrección de teñidos defectuosos es menos difícil que cuando se emplean colorantes dispersos convencionales, ya que puede eliminarse una cantidad controlada de colorante del material textil mediante un tratamiento alcalino acuoso de severidad apropiada.
- 30.



- El proceso de la presente invención que utiliza colorantes azóicos dispersos conteniendo grupos que los hacen solubles en soluciones acuosas de álcalis, posee también las ventajas de que dichos colorantes no han de ser formulados con grandes cantidades de agentes dispersantes tal y como es el caso con colorantes dispersos convencionales. Dichos colorantes dispersos pueden emplearse en el presente proceso sin la necesidad de agentes dispersantes, o con solo pequeñas cantidades de los mismos, traduciéndose esto en unos teñidos mejorados y en un menor espumado de los baños de teñido cuando se utilizan en maquinaria de teñido en chorro.
- 5.
- 10.

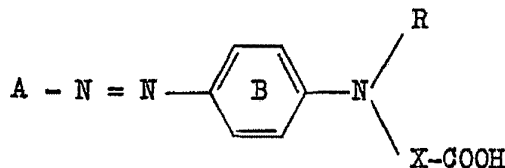
- Las uniones textiles que son teñidas por el proceso de la invención, son uniones de un material textil de poliéster aromático, en particular tereftalato de polietileno, con un material textil celulósico, por ejemplo algodón o rayón de viscosa. Las uniones pueden ser de cualquier forma, por ejemplo hilos o géneros tejidos o de punto.
- 15.

- Mediante el proceso de la invención, pueden teñirse uniones de poliéster aromático/celulosa en una amplia variedad de tonalidades o efectos multicoloreados (es decir, los dos tipos de material se tiñen en diferentes tonalidades) y los teñidos resultantes poseen una excelente solidez a los ensayos que normalmente se aplican a dichos materiales, por ejemplo solidez a la luz, a los tratamientos en húmedo y al frotado.
- 20.
- 25.

Una clase preferida de colorantes azóicos dispersos para utilizarse en el proceso de la invención, comprende los colorantes azóicos, libres de grupos ácido sulfónico, que tienen la fórmula:

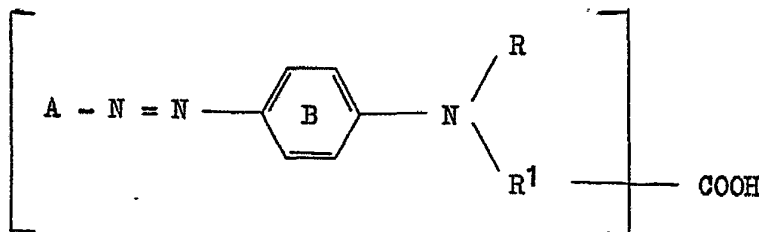
417485

- 10 -



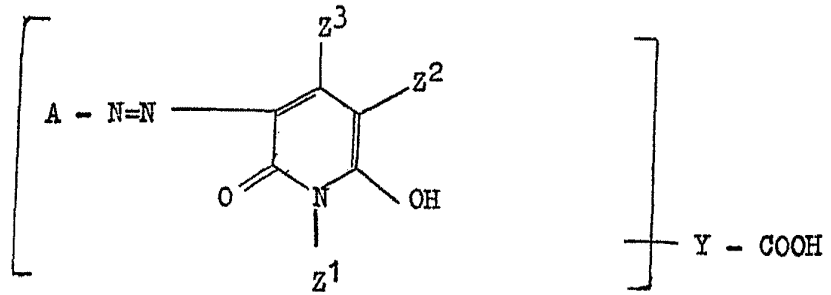
5. en la que A es el radical de un componente diazónico, el anillo bencénico B puede llevar sustituyentes adicionales (en particular alquilo inferior, alcoxi inferior, cloro, bromo o acilamino), R es hidrógeno o un radical alquilo, arilo, cicloalquilo, aralquilo o heterocíclico, opcionalmente sustituido (en particular R es hidrógeno o alquilo inferior opcionalmente sustituido y X es un radical hidrocarburo divalente (en particular un radical alquileno o fenileno)).

10. Una segunda clase preferida de colorantes azóicos útiles en el proceso de la invención, comprende los colorantes azóicos, libres de grupos ácido sulfónico, y que corresponden a la fórmula:



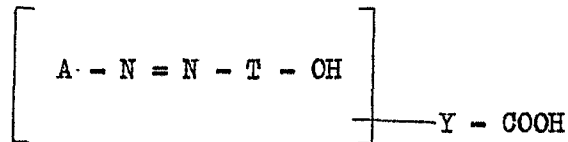
15. en la que A, B y R se definen como anteriormente, R¹ tiene los valores asignados a R y el grupo -COOH está unido directamente a un átomo de carbono presente en A ó B.

20. Una tercera clase preferida de colorantes azóicos útiles en el proceso de la invención, comprende los colorantes, libres de grupos ácido sulfónico, que en una de las posibles formas tautoméricas tienen la fórmula:



5. en la que A se define como anteriormente, Z¹ es un átomo de hidrógeno o un radical alquilo, aralquilo, arilo, cicloalquilo o heterocíclico, opcionalmente sustituido, o un grupo amino opcionalmente sustituido, y Z² y Z³ representan independientemente un átomo de hidrógeno o un radical alquilo, cicloalquilo, arilo, aralquilo o heterocíclico opcionalmente sustituido o un grupo ciano, carboxilato, carbonamido o acilo, e Y es un enlace directo o un grupo de puente divalente.

10. Una cuarta clase preferida de colorantes azóicos útiles en el proceso de la invención, comprende los colorantes azóicos, libres de grupos ácido sulfónico, que tienen la fórmula:

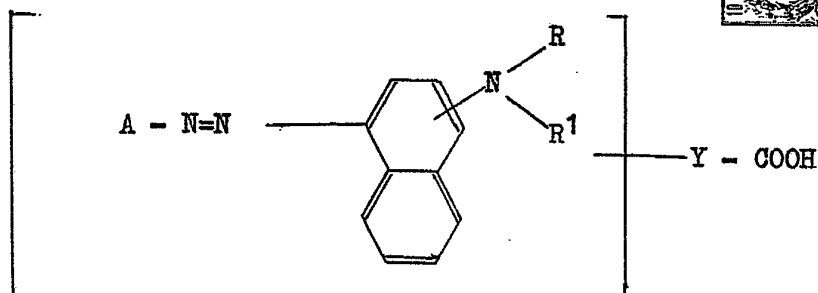


15. en la que A e Y se definen como anteriormente y T es un residuo bencénico o naftalénico que puede contener sustituyentes adicionales y en los cuales el grupo hidroxilo está en posición orto o para con respecto al grupo azóico.

20. Una quinta clase preferida de colorantes azóicos útiles en el proceso de la invención, comprende los colorantes azóicos, libres de grupos ácido sulfónico, que tienen la fórmula:

417485

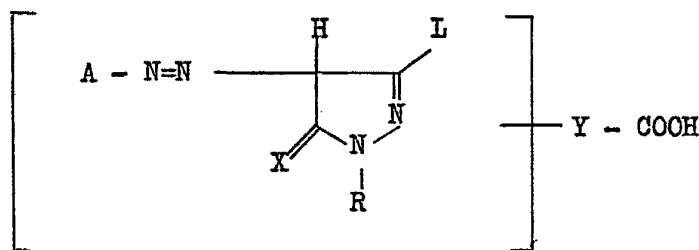
- 12 -



en la que A, Y, R y R¹ se definen como anteriormente, el grupo $-\text{N} \begin{array}{l} \text{R} \\ \text{R}^1 \end{array}$ está en posición orto o para con respecto al

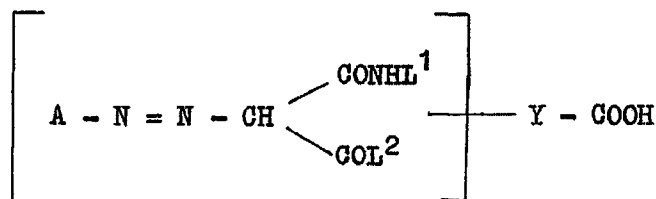
5. grupo azóico y el núcleo naftalénico puede llevar sustituyentes adicionales a condición de que cuando $-\text{N} \begin{array}{l} \text{R} \\ \text{R}^1 \end{array}$ esté en posición orto con respecto al grupo azóico, R y R¹ no son hidrógeno a menos que esté presente un sustituyente o sustituyentes adicionales.

10. Una sexta clase preferida de colorantes azóicos útiles en el proceso de la invención, comprende los colorantes azóicos libres de grupos ácido sulfónico, de fórmula:



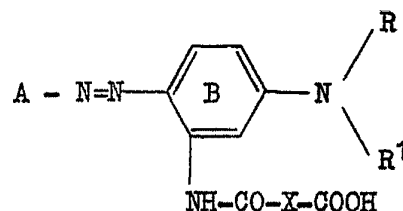
15. en la que A, R e Y se definen como anteriormente, X es oxígeno ó NH y L es hidrógeno o un radical alquilo o arilo opcionalmente sustituido o un grupo carboxilato, carboxílico o carbonamido.

Una séptima clase preferida de colorantes azóicos útiles en el proceso de la invención, comprende los colorantes azóicos, libres de grupos ácido sulfónico, de fórmula:



en la que A e Y se definen como anteriormente, L^1 es un radical arilo opcionalmente sustituido (con preferencia fenilo) y L^2 es un radical alquilo o arilo.

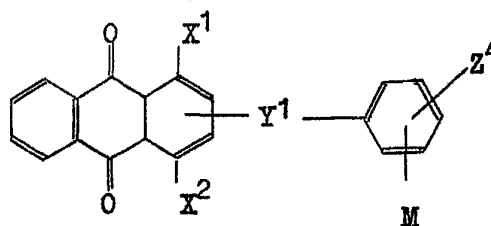
5. Una octava clase preferida de colorantes azóicos útiles en el proceso de la invención, comprende los colorantes azóicos, libres de grupos ácido sulfónico, de fórmula:



en la que A, B, X, R y R^1 se definen como anteriormente.

10. Como ejemplos específicos de clases de colorantes antraquinónicos dispersos que pueden ser empleados en el proceso de la invención, se mencionan los colorantes de las siguientes clases:

a) Los colorantes antraquinónicos de fórmula:



15.

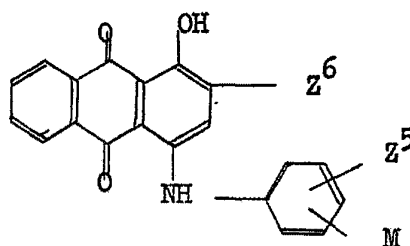
en la que X^1 y X^2 son, independientemente, hidrógeno, hidroxilo, amino o alquilamino inferior opcionalmente sustituido (es decir, radicales alquilo con 1 a 4 átomos de carbono), a condición de que X^1 y X^2 no sean ambas hidrógeno; Y^1 es $-T^1-(CH_2)_{n-1}$

417485



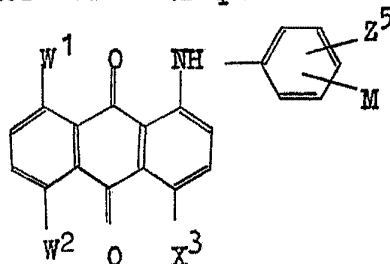
5. $\delta - T^1 - (CH_2)_m T^2 -$, donde n es un entero positivo de 1 a 5, n es un entero positivo de 2 a 4 y T^1 y T^2 son, independientemente, oxígeno o azufre; Z^4 es hidrógeno, cloro, bromo, alquilo inferior, alqueno inferior (es decir con 1 a 4 átomos de carbono) o alcoxi inferior (es decir con 1 a 4 átomos de carbono); y M es sulfamilo o un grupo ácido carboxílico.

b) Los colorantes antraquinónicos de fórmula:



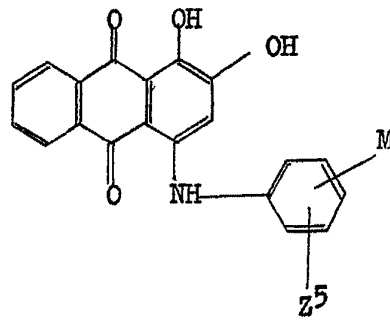
10. en la que M se define como anteriormente; Z^5 es hidrógeno, alquilo inferior, alcoxi inferior, cloro o bromo; y Z^6 es hidrógeno o alquilo con 1 a 6 átomos de carbono.

c) Los colorantes antraquinónicos de fórmula:



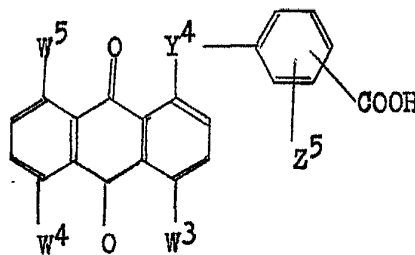
15. en la que M y Z^5 se definen como anteriormente; X^3 es hidroxilo o amino; y W^1 y W^2 son, independientemente, hidroxilo, amino o nitro a condición de que uno de los radicales W^1 y W^2 sea nitro o amino y el otro hidroxilo.

d) Los colorantes antraquinónicos de fórmula

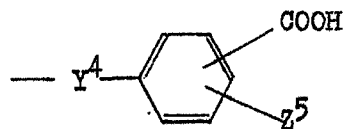


en la que M y Z^5 se definen como anteriormente.

e) Los colorantes antraquinónicos de fórmula:



5. en la que Z^5 se define como anteriormente; Y^4 es oxígeno, azufre o imino; W^3 , W^4 y W^5 son hidrógeno o dos de los radicales W^3 , W^4 y W^5 son hidrógeno y el otro es un grupo:



10. La invención se ilustra, pero no se limita, por los siguientes ejemplos en los cuales las partes y porcentajes son en peso.

EJEMPLO 1

15. Se disuelven 0,15 partes de 4-(2'-ciano-4'-nitro-fenilazo)-N-metil-N-(β -carboxietil)anilina en 500 partes de agua conteniendo 0,4 partes de hidróxido sódico, por calenta-

417485

- 16 -



5. miento a 40°C y se rebaja entonces a 4 el pH de la solución mediante la adición de ácido fórmico. Se introducen 20 partes de una unión tejida de poliéster/algodón conteniendo 67 % de poliéster (tereftalato de polietileno) y 33 % de algodón y se efectúa el teñido a 120°C durante 1 hora a presión superatmosférica.

10. El baño de teñido se enfría a 80°C y se añaden 0,35 partes de la sal tetrasódica del ácido 1-(4"-p-carboxianilino-6"-cloro-1":3":5"-triazin-2"-ilamino)-7-(1'-sulfonaf-2'-il-azo)-8-naftol-3:6-disulfónico seguido por 30 partes de cloruro sódico. El baño de teñido se mantiene a 80°C durante 30 minutos y el pH se ajusta entonces a 11 por la adición de carbonato sódico. Después de calentar a 80°C durante 60 minutos más, el material teñido se extrae, se lava bien con agua y se seca.

15. Se obtiene un teñido de color castaño profundo con excelentes propiedades de solidez, particularmente con buena solidez al secado y solidez a los tratamientos en húmedo.

20. En lugar del ácido fórmico empleado anteriormente para rebajar el pH de la solución colorante a un valor de 4, se utilizan cualquiera de los siguientes ácidos o sales ácidas, obteniéndose con ello resultados similares: ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido acético, ácido propiónico, ácido bórico, ácido sulfámico, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido dicloroacético, ácido glicólico, ácido oxálico, 25. ácido benzoico, ácido salicílico, ácido bencenosulfónico, hidrogenotarttrato de sodio o potasio.

EJEMPLO 2

30. Se disuelven 0,1 partes de la sal sódica de 4-(p-nitrofenilazo)-N-etil-N- β -(β '-carboxietoxi)etil/anilina en 500 partes de agua conteniendo 0,05 partes de la sal disódica

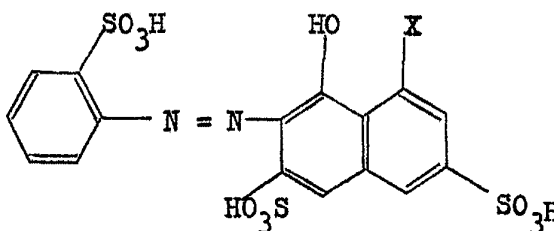


- de di(2-sulfonaf-1-il)metano a 40°C y el pH se disminuye entonces a 4 mediante la adición de ácido fórmico. Se añaden entonces 20 partes de una unión de poliéster aromático/algodón 67:33 y se efectúa el teñido durante 1 hora a 130°C a presión superatmosférica. Se extrae entonces la unión del baño de teñido y se sumerge en un baño de teñido fresco que comprende una solución de 0,2 partes de la sal trisódica del ácido 1-(4':6'-dicloro-1':3':5'-triazin-2'-ilamino)-7-(o-sulfofenilazo)-8-naftol-3:6-disulfónico en 500 partes de agua. La temperatura del baño de teñido se eleva a 40°C, se añaden 30 partes de cloruro sódico y se efectúa el teñido durante 30 minutos a 40°C, se añaden entonces 5 partes de carbonato sódico y se continúa el teñido durante 30 minutos más a 40°C. La unión teñida se extrae entonces del baño de teñido, se enjuaga en agua y se seca.

Se obtiene un teñido rojo brillante, sólido, uniforme, de excelente solidez a la luz, a los tratamientos en húmedo y al frote.

EJEMPLO 3

- En lugar de las 0,2 partes de la sal trisódica del colorante reactivo, empleadas en el ejemplo 2, se utilizan 0,2 partes de las sales sódicas de los colorantes de fórmula:



- en la que X tiene los valores especificados en la primera columna de la Tabla I y la segunda etapa del teñido se efectúa

417485

- 18 -



a las temperaturas indicadas en la segunda columna de la tabla en lugar de a 40°C como se emplea en el ejemplo 2. En todos los casos se obtienen tejidos de color rojo brillante sólido.

TABLA I

5.

X	Temperatura de teñido
4-cloro-6-(2'-carboxi-4'-sulfoanilina)-1:3:5-triazin-2-ilamino	80°C
2:4-dicloropirimid-6-ilamino	"
2:4:5-tricloropirimid-6-ilamino	"
2:3-dicloroquinozal-6-il-carbonilamino	60°C
2-metilsulfonil-4-metil-5-cloropirimid-6-ilamino	"
2:4-difluor-5-cloropirimid-6-ilamino	40°C
acriloilamino	80°C
2:4-dicloro-5-cianopirimid-6-ilamino	"
2:4-dicloropirimid-5-il-carbonilamino	"
β -sulfatoetilsulfonilamino	"
β -(bencenosulfonil)propionilamino	"
tetrafluorciclobutanocarbonilamino	"
3:6-dicloropiridaz-4-il-carbonilamino	"
1:4-dicloroftalaz-6-il-carbonilamino	"
4-piridinio-6-(m-sulfoanilino)-1:3:5-triazin-2-ilamino	50°C
4-trimetilamonio-6-(m-sulfoanilino)-1:3:5-triazin-2-ilamino	20°C

EJEMPLO 4

En lugar de las 20 partes de la unión de poliéster aromático/algodón empleadas en el ejemplo 2, se utilizan 20 partes de un género tejido que tiene una trama de tereftalato



de polietileno y una urdimbre de algodón, con lo cual tanto los hilos de la trama como los de la urdimbre se tifican en una tonalidad roja.

EJEMPLO 5

5. Se introducen 20 partes de una unión de poliéster aromático/viscosa 50:50 en un baño de teñido, a 20°C, que comprende una solución de 0,2 partes de la sal monosódica de 1:8-dihidroxi-4-(2'-carboxianilino)-5-nitroantraquinona, 0,15 partes de la sal trisódica del ácido 1-amino-4-β(3'-sulfo-4'-(4"-cloro-6"-p-sulfoanilino-1":3":5"-triazin-2"-ilamino)anilino/antraquinona-2-sulfónico, 0,1 partes de la sal disódica de di(2-sulfonaft-1-il)metano, 12 partes de sulfato sódico, 0,3 partes de dihidrogenofosfato de sodio y 0,7 partes de fosfato trisódico en 200 partes de agua. La temperatura del baño de teñido se eleva a 80°C y se mantiene durante 30 minutos.
10. El pH del baño de teñido se disminuye entonces a 4 mediante la adición de ácido fórmico y se efectúa el teñido durante 1 hora a 130°C a presión superatmosférica. La unión teñida se enjuaga entonces en una solución acuosa al 0,3 % de carbonato sódico a 60°C, se enjuaga en agua y se seca.
15. Se obtiene un teñido azul sólido que posee excelentes propiedades de solidez.
20. En lugar de las 0,15 partes de la sal sódica del colorante reactivo empleado en el ejemplo anterior, se utilizan 0,15 partes de la sal trisódica del complejo de cobre del ácido 2-(4"-cloro-6"-metilamino-1":3":5"-triazin-2"-ilamino)-5-(1'-hidroxi-8'-amino-5':7'-disulfonaft-2'-ilazo)-6-naftol-8-sulfónico o 0,15 partes de la sal trisódica de cobre-ftalocianina de ácido 3-β-cloroetilsulfamoil-tri-3-sulfónico, ob-
25. teniéndose resultados similares.
- 30.

417485

- 20 -



5. En lugar del 0,3 % de la solución acuosa de carbonato sódico empleado como baño de enjuagado en el ejemplo anterior, se emplean soluciones acuosas al 0,3 % de hidróxido sódico, hidróxido potásico, borato trisódico, fosfato trisódico, amoniaco, trietilamina o un jabón alcalino, obteniéndose resultados similares.

EJEMPLO 6

10. En lugar de las 0,1 partes de la sal sódica del primer colorante azóico usado en el ejemplo 2, se emplean 0,15 partes de una composición colorante obtenida moliendo conjuntamente soluciones acuosas de la sal sódica del mismo colorante y de ligninsulfonato de sodio y se seca por aspersion para dar un sólido que contiene 67 % del colorante, 17 % de ligninsulfonato y 16 % de cloruro sódico (el cual estaba presente inicialmente en el colorante). Se obtiene un tejido rojo idéntico.

EJEMPLO 7

20. Se repite el procedimiento del ejemplo 1 excepto que el baño de teñido contiene adicionalmente 3 partes de difenilo y el teñido se efectúa durante 1 hora a 100°C en lugar de durante 1 hora a 130°C. Se obtiene un tejido de color castaño similar.

EJEMPLO 8

25. Se prepara un baño de teñido disolviendo 0,1 partes de la sal sódica de 2-ciano-4-nitro-6-bromo-2'-acetilamino-4'-N-etil-N-(β -carboxietil)amino/azobenceno, 0,15 partes de la sal trisódica del ácido 1-amino-4- β -(4"-cloro-6"-p-sulfoanilino-1":3":5"-triazin-2"-ilamino)-4'-sulfoanilino/entraquinona-2-sulfónico y 0,1 partes de la sal disódica de di(2-sulfonaft-1-il)metano en 500 partes de agua a 40°C, se acidifica
- 30.



- con ácido fórmico a pH 4 y se añaden 3 partes de difenilo. En el baño de teñido se introducen 20 partes de una unión de poliéster aromático/algodón 67:33 y se efectúa el teñido durante 1 hora a 100°C. El baño de teñido se enfría entonces a
5. 80°C, se añaden 30 partes de cloruro sódico y suficiente carbonato sódico para dar un pH de 10,2 y se continúa el teñido durante 1 hora más a 80°C. La unión teñida se aclara entonces en agua y se seca.
- Se obtiene un teñido azul sólido de excelentes propiedades de solidez.
10. EJEMPLO 9
- Se tienen 34.000 partes de una unión de poliéster aromático/algodón 67:33 con una relación de licor a artículos de 13:1 en una máquina de teñido Gaston County Jet, del siguiente modo:
15. El género se introduce en la máquina junto con 430.000 partes de agua, calentándose a 80°C, y haciéndose funcionar la máquina durante 2 minutos. Se añade una solución de 95,2 partes de la sal sódica de 2-ciano-4-nitro-4'-N-etil-N-(β-carboxietil)amino/azobenceno en 10.000 partes de
20. agua a 80°C y se hace circular el licor durante 5 minutos. Se añaden 36 partes de ácido fórmico en 1.000 partes de agua, se cierra la máquina, se eleva la temperatura a 130°C y se efectúa el teñido durante 30 minutos a 130°C con una velocidad
25. de carrera del género de 160 metros/minuto. El licor residual se enfría a 80°C, se eleva el pH del licor a 7 mediante la adición de hidróxido sódico y se añaden 40 partes de la sal tetrasódica del complejo de cobre del ácido 2-(4'-cloro-6'-m-sulfoanilino-1':3':5'-triazin-2'-ilamino)-6-(2"-hidroxi-5"-sulfofenilazo)-5-naftol-1:7-disulfónico. El licor se hace cir-
- 30.

417485

- 22 -



5. ular durante 15 minutos a 80°C, se añaden 26.500 partes de cloruro sódico, se hace circular el licor durante 30 minutos más a 80°C, se añaden 9.000 partes de carbonato sódico y se continúa el teñido durante 50 minutos más a 80°C. La unión teñida se aclara entonces en agua y se seca.
- Se obtiene un teñido de color rojo sangre brillante, sólido, de excelentes propiedades de solidez.
- No se presenta ningún espumado del licor de teñido mientras funciona la máquina, evitando de este modo la necesidad de añadir un agente antiespumante. La máquina se eleva también en un estado limpio libre de colorante depositado y fué capaz de utilizarse para otro teñido sin la necesidad de realizar una operación separada de limpieza.
10. En lugar de los colorantes azóicos dispersos (o las correspondientes sales sódicas) empleados en cualquiera de los ejemplos anteriores, se utilizan los colorantes azóicos (o las correspondientes sales sódicas) que se obtienen por diazotación de las aminas indicadas en la segunda columna de la Tabla II y copulación con los componentes copulantes indicados en la tercera columna de la tabla, siendo teñida la porción de poliéster aromático de las uniones en las tonalidades mostradas en la cuarta columna de la tabla.
15. 20.

417485

- 23 -

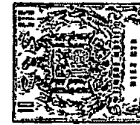


TABLA II

EJEMPLO	AMINA	COMPONENTE DE COPULACION	TONALIDAD
10	2-ciano-4-nitroanilina	N-etil-N-(β -carboxietil)-anilina	Rojo sangre
11	4-nitroanilina	"	Rojo
12	2-ciano-4-nitro-6-bromoanilina	"	Violeta
13	2-ciano-4-nitro-6-cloroanilina	"	"
14	2-cloro-4-nitroanilina	"	Rojo
15	2-cloro-4-nitro-6-bromoanilina	"	Marrón
16	2-cloro-4-nitroanilina	N-etil-N- β -(ω -carboxin-butylcarboniloxi)etil/anilina	Rojo
17	"	N-(β -hidroxietil)-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	Rojo-azulado
18	4-nitroanilina	N-etil-N- β -(β -carboxietoxi)etil/anilina	Rojo
19	6-metoxi-2-amino-benzotiazol	N-(β -hidroxietil)-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	"
20	2-cloro-4-nitroanilina	N-etil-N- β -(β' -carboxietilcarboniloxi)etil/anilina	"
21	2-ciano-4-nitroanilina	N-(β -cianoetil)-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	Rojo-azulado
22	2-cloro-4-nitroanilina	N-(β -cianoetil)-N- β -(ω -carboxin-butylcarboniloxi)etil/m-toluidina	Escarlata
23	2-cloro-4-cianoanilina	2-metoxi-5-acetilamino-N-etil-N-(β -carboxietil)-anilina	Rubi
24	2-ciano-4-nitro-6-bromoanilina	3-acetilamino-4-etil-N-(β -carboxietil)anilina	Azul
25	2:6-diciano-4-nitroanilina	N-etil-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	Azul-rojizo

417485

- 24 -



EJEMPLO	AMINA	COMPONENTE DE COPULACION	TONALIDAD
26	2:4-dinitro-6-cianoanilino	N-etil-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	Azul
27	2-amino-3-ciano-5-nitrotiofeno	N-etil-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	"
28	2-amino-3-etoxicarbonil-5-nitrotiofeno	N-etil-N- β -(carboximetil-tio)etil/m-toluidina	"
29	"	N-etil-N- β -(β' -carboxietilcarboniloxi)etil/m-toluidina	Azul-rojizo
30	"	N-etil-N- γ -(carboximetil-tio)propil/m-toluidina	"
31	2-amino-3:5-dinitrotiofeno	N-etil-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	Azul
32	2-amino-5-nitrotiazol	N-etil-N- β -(β' -carboxietoxi)etil/m-toluidina	Azul-rojizo
33	"	2-metoxi-5-metil-N- β -(ω -carboxi-n-butilcarboniloxi)-etil/anilina	"
34	2-ciano-4-nitro-6-bromoanilina	3-acetilamino-N-bencil-N-(β -carboxietil)anilina	"
35	2-cloro-4-nitroanilina	N-etil-N- β -(4'-carboxibenzoiloxi)etil/anilina	Rojo
36	2-amino-5-nitrobenzotiazol	N-etil-N-(β -carboxietil)-m-toluidina	Azul
37	1-naftilamina	"	Rojo
38	2-ciano-4-nitroanilina	N:N-bis(β -carboxietil)-anilina	Rojo-azulado
39	4-aminoazobenceno	N-etil-N-(β -carboxietil)-anilina	Marrón
40	2-carboxi-4-nitroanilina	N-etil-N-(β -cianoetil)-anilina	Rojo
41	"	N:N-dietilanilina	Rojo-azulado
42	2-cloro-4-nitroanilina	3-carboxi-N:N-dimetilanilina	Rojo
43	2:4-dinitro-6-carboxianilina	2-metoxi-5-acetilamino-N- β -(β' -metoxietoxicarbonil)etil/anilina	Azul-rojizo



EJEMPLO	AMINA	COMPONENTE DE COPULACION	TONALIDAD
44	3-carboxi-4-nitroanilina	2-metoxi-5-acetilamino-N- β - β' -metoxietoxi carbonil)etil/anilina	Azul-rojizo
45	3:4-dicarboxianilina	N:N-dietilanilina	Naranja
46	ácido 4-aminobenzóico	3-acetilamino-N-(β -cianoetil)-N- β -(ω -carboxi-n-butyl carbonil-oxi)etil/anilina	Rojo
47	"	2-metoxi-5-acetilamino-N-etil-N-(β -carboxietil)anilina	"
48	"	1-etil-3-ciano-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	amarillo-verdoso
49	ácido 2-aminobenzóico	1-n-butyl-3-ciano-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	amarillo-verdoso
50	"	1-etil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	Amarillo
51	"	m-cresol	"
52	ácido 4-aminobenzóico	o-cresol	"
53	2:4-dinitro-6-bromoanilina	N- β -(ω -carboxi-n-butyl carboniloxi)etil/-1-naf-tilamina	Azul-rojizo
54	2-carboxi-4-nitroanilina	1-fenil-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
55	2-cloro-4-nitroanilina	ácido 1-fenil-5-pirazolona-3-carboxílico	"
56	"	1-(β -carboxietil)-3-metil-5-pirazolona	"
57	4-(carboximetiltio)anilina	1-fenil-3-metil-5-pirazolona	"
58	4-(β -carboxietoxi)anilina	"	"
59	ácido 4-aminobenzóico	acetoacetanilida	Amarillo
60	4-cloroanilina	ácido acetoacetanilida-4-carboxílico	"

417485

- 26 -



EJEMPLO	AMINA	COMPONENTE DE COPULACION	TONALIDAD
61	2-ciano-4-nitro-6-anilina	3- \sqrt{N} -(β -carboxietil)carbamoil/ \sqrt{N} -N:N-diutilanilina	Azul
62	4-amino bencenosulfonamida	N:N-di-n-butulanilina	Amarillo
63	2-nitroanilina	3-ciano-4-metil-2:6-dihidroxipiridina	Amarillo-verdoso
64	"	1-etil-3-ciano-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"
65	"	acetoacet-m-toluidida	"

En lugar de los colorantes azóicos dispersos (o las correspondientes sales sódicas) empleados en cualquiera de los ejemplos 1 a 9, se utilizan los colorantes indicados en la segunda columna de la Tabla III, con lo cual la porción de poliéster aromático de las uniones se tiñe en las tonalidades indicadas en la tercera columna de la tabla.

TABLA III

EJEMPLO	COLORANTE	TONALIDAD
66	2-nitro-4-acetil-4'-carboxidifenilamina	Amarillo
67	2-nitro-4-sulfamoil-4'-carboxidifenilamina	"
68	2-nitro-4-carboxi-4'-n-butildifenilamina	"
69	2-nitro-4- \sqrt{N} -metil-N-(p-carboxifenil)sulfamoil/difenilamina	"
70	2-nitro-3'-metil-4-(carboxiacetil)difenilamina	"
71	2-nitro-4- \sqrt{N} -(p-carboxifenil)carbamoil/4'-etilaminodifenilamina	"
72	3'-hidroxi-5-carboxi-6-(β -etoxietoxicarbonil)quinoftalona	"
73	3'-hidroxi-5-carboxi-6-(n-amiloxicarbonil)quinoftalona	"



EJEMPLO	COLORANTE	TONALIDAD
74	3'-hidroxi-5:6-dicarboxiquinofalona	Amarillo
75	3'-hidroxi-4'-bromo-5-carboxi-6-(n-amiloxi carbonil)quinofalona	"
76	3'-hidroxi-4-(β -carboxietilamino)-quinofalona	"
77	3'-hidroxi-4'-bromo-3-(β -carboxietilamino)-quinofalona	"
78	β -ciano- β -etoxi carbonil-4-N-metil-N-(β -carboxietil)amino/estireno	"
79	β -ciano- β -(n-octoxi carbonil)-2-metil-5-metoxi-4-(β -carboxietil)estireno	"
80	3-(p-carboxianilino)-1:4-naftoquinona	"
81	1-amino-2-(2'-carboxifeniltio)-4-hidroxi-antraquinona	Rojo-azulado
82	1:4-diamino-2-(2'-carboxifeniltio)-antraquinona	Azul-rojizo
83	1-hidroxi-2-n-butyl-4-(4'-carboxianilino)antraquinona	Violeta
84	1:8-dihidroxi-5-nitro-4-(2'-carboxianilino)antraquinona	Azul
85	1:8-dihidroxi-5-amino-4-(2'-carboxianilino)antraquinona	"
86	1-hidroxi-4-(4'-carboxibenzoilamino)-antraquinona	Naranja
87	1-anilino-4-(β -carboxietilamino)-5-nitro-8-hidroxi-antraquinona	Azul-verdoso
88	1:8-dihidroxi-4-anilino-5-(β -carboxietilamino)antraquinona	"
89	1-hidroxi-4-(β -carboxietilamino)-antraquinona	Violeta
90	1-(β -carboxietilamino)-4:8-dihidroxi-5-aminoantraquinona	Azul
91	1:4-diamino-2-(β -carboxietiltio)-antraquinona	Violeta
92	1:8-dihidroxi-4-(4'-sulfamoilanilino)-5-nitroantraquinona	Azul

417485

- 28 -



EJEMPLO	COLORANTE	TONALIDAD
93	1-amino-2-(p-sulfamoilfenoxi)-4-hidroxi-antraquinona	Rojo
94	1-amino-2-(p-carboxifenoxi)-4-hidroxi-antraquinona	"

N O T A

=====

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en
10. Inglaterra con el nº 36.018/72 de 2 de agosto de 1.972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Inven-
15. ción por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA EL TEÑIDO DISCONTINUO DE UNIONES DE MATERIALES TEXTILES DE POLIESTER AROMÁTICO Y MATERIALES TEXTILES CELULOSICOS; caracterizándose por lo siguiente:
20. 1.- Procedimiento para el teñido discontinuo de uniones de materiales textiles de poliéster aromático y materiales textiles celulósicos, caracterizado porque comprende sumergir dichas uniones textiles en un licor acuoso que contiene una sal alcalina de un colorante disperso que contiene al menos un grupo ácido carboxílico, sulfamoilarilo o ceto-enol tauto-
25. mérico, pero que está libre de grupos ácido sulfónico; y añadir un ácido para rebajar el pH del licor a un valor infe-

417485

- 29 -



rior a 7, y con un licor acuoso que contiene un colorante reactivo soluble en agua para la porción textil celulósica de la unión que sea capaz de formar un enlace covalente con la celulosa bajo condiciones neutras o alcalinas, y un álcali.

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la unión se tiñe con el colorante disperso a un pH inferior a 7 y entonces con el colorante reactivo en presencia de un álcali.

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la unión se tiñe con el colorante reactivo en presencia de un álcali, y entonces con el colorante disperso a un pH inferior a 7, dándose a la unión finalmente un aclarado en una solución acuosa de un álcali.

15. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el colorante disperso contiene al menos un grupo ácido carboxílico.

20. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el colorante disperso es un colorante azóico que contiene al menos un grupo ácido carboxílico.

6.- Procedimiento para el tejido discontinuo de uniones de materiales textiles de poliéster aromático y materiales textiles celulósicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

25. Esta Memoria consta de 29 hojas escritas a máquina por una sola cara.

- 2 AGO. 1973

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MUÑOZ
A. P. Firmado L. Goeta Ferrández