

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

421.438

(10) ES	(11) NÚMERO	(10) A1
(21)		
(22)	FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES.	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NÚMERO		
18304/72	15 de Diciembre de 1972	Suiza
5330/73	13 de Abril de 1973	"

(43) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	DO6B, DO6P	

(64) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA TENER MATERIAL TEXTIL POR EXHAUSTACION.

(71) SOLICITANTE (ES)

SANDOZ A.G., entidad Suiza.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Basilea, Suiza.

(72) INVENTOR (ES)

José Carbonell, Rolf Haaler, Roland Walliser.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE.

D. Jaime Gómez-Acebo y Modet.

PATENTE DE INVENCION

Ref. Case 150-3445.

3700/JK/Ce.

=====

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR MATERIAL TEXTIL POR  
EXHAUSTACION.

=====

*Solicitante:* SANDOZ A.G., entidad suiza, residente en  
Basilea, Suiza.

=====

El presente invento se refiere a un proceso de  
teñido y, de un modo mas específico, a un proceso de te-  
ñido por exhaustación.

Se comprenderá que por "proceso de teñido por  
exhaustación", se entiende un proceso que se caracteriza porque

un substrato se sumerge en un líquido de tinte y se hace que el líquido de tinte fluya relativamente pasando por el substrato por movimiento del líquido de tinte y/o por movimiento del substrato con vista a trasladar una cantidad sensible de tinte desde el líquido hasta el substrato.

5.

Una dificultad particular experimentada con anterioridad a este invento en el traslado de un tinte desde un líquido de tinte hasta un substrato en los procesos de teñido por eshaustación, es la acumulación desigual de tinte sobre el substrato que da lugar a lo que se conoce como teñidos desiguales, particularmente en el teñido automático u otros procesos de teñido efectuados en ausencia de supervisión por parte de un operario experto. No obstante, se sabe que la dificultad de los teñidos desiguales se asocian con una adsorción irregular del tinte sobre el substrato, causada, al menos en parte, por agotamiento o empobrecimiento constante del tinte en el líquido; verdaderamente se han realizado intentos para conseguir una adsorción regular o constante, por ejemplo variando la temperatura como función lineal del tiempo de teñido.

10.

15.

20.

A pesar de todo, han surgido dificultades en el teñido uniforme en general porque, con anterioridad a este invento, no ha existido un método fiable de medir el régimen de adsorción de tinte en el substrato.

25.

Por consiguiente, el presente invento proporciona un procedimiento para teñir un substrato por exhaustación con el que se obtiene un teñido uniforme y que comprende regular al menos uno de los parámetros del baño de tinte que controlan la adsorción de tintes sobre el substrato, con el fin de mantener el régimen de exhaustación del baño en función del número de ciclos del líquido del tinte y/o el substrato por debajo de

30.

un límite predeterminado en todo el proceso de teñido.

- De un modo más específico, el presente invento proporciona un procedimiento para teñir por exhaustación un substrato y obtener un teñido uniforme, que comprende verificar, directa e indirectamente el régimen o proporción de agotamiento del baño en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o el substrato y regular por lo menos uno de los parámetros del baño del tinte que controlan la adsorción de tintes sobre el substrato, con el fin de mantener dicho régimen verificado por debajo de un límite predeterminado en todo el proceso de teñido.

- El presente invento proporciona también un aparato para teñir por exhaustación un substrato y obtener un teñido uniforme que comprende un baño de tinte, medios de verificación para verificar, directa o indirectamente, el régimen de agotamiento del baño en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o el substrato y medios reguladores para regular por lo menos uno de los parámetros del baño del tinte que controlan la adsorción de tintes sobre el substrato, con el fin de mantener el régimen de agotamiento del baño en función del número de ciclos de líquido de tinte y/o substrato por debajo de un límite predeterminado.

- En una primera forma del aparato del invento, los medios de verificación son indirectos y comprenden un dispositivo verificador auxiliar para verificar el número de ciclos del líquido del tinte y/o substrato en función del tiempo, y un aparato de proceso de datos con una entrada desde el dispositivo verificador auxiliar y una salida al dispositivo regulador, programado para anticipar el régimen de agotamiento del baño en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o

5. substrato por unidad de cambio en el número directamente verificado de ciclos del líquido de tinte y/o el substrato contra el tiempo, comprendiendo también el aparato de proceso de datos un dispositivo de control para regular al dispositivo regulador de acuerdo con dicho cambio anticipado.

10. En una segunda forma del aparato del invento, el dispositivo verificador es un dispositivo verificador directo, v.g., capaz de verificar directamente el régimen real de agotamiento del baño en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato.

15. El aparato comprende preferiblemente además un dispositivo de control en forma de aparato de proceso de datos con una entrada desde el dispositivo verificador directo y una salida al dispositivo regulador, teniendo dicho aparato de proceso de datos un programa para regular el dispositivo regulador tomando como base el régimen verificado.

20. Según se emplea en la presente memoria, el término "agotamiento del baño" significa el grado de empobrecimiento en concentración del componente tintóreo del líquido del tinte, el término "ciclo", en lo que se refiere al líquido del tinte, significa la circulación del volumen completo del líquido del tinte del baño, y con respecto al substrato, significa un movimiento cíclico completo, v.g., inmersión, con respecto a un punto de referencia, del substrato en el líquido del tinte.

25. Además la expresión "régimen de agotamiento del baño en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o "substrato" se denominará en adelante como factor "D".

30. Como consecuencia de la contracción o dilatación del substrato, de que el substrato alcance el punto de transición vítrea, del cambio de viscosidad en el líquido de tinte

- y/o de otros factores, se ha averiguado que el número de ciclos del líquido de tinte y/o el sustrato cambiará en general constantemente en el proceso de teñido y, por lo tanto, no se observa en la práctica una relación directa entre el agotamiento del baño y el tiempo de teñido. No obstante se ha determinado que el régimen de adsorción del tinte sobre el sustrato está directamente relacionado con el factor D y, además, que manteniendo el valor D, en todo el proceso de teñido, por debajo de un límite predeterminado el resultado será teñidos aceptablemente uniformes.

- Los parámetros del control de baño de tinte que afectan al régimen de adsorción del tinte sobre el sustrato y que, por lo tanto, afectan directamente al valor del factor D, que se regulan según el procedimiento del invento, son parámetros físicos, por ejemplo temperatura del baño de tinte, velocidad de circulación del líquido de tinte y/o la frecuencia de inmersión del sustrato, y la adición de tinte adicional al líquido, y parámetros químicos, por ejemplo, pH del líquido de tinte y agentes químicos de retardo o aceleración del tinte.

- Se comprenderá que el valor de D se puede controlar regulando más de uno de los parámetros de control, por ejemplo regulando dos o tres de los parámetros de control, temperatura, pH y la adición de agentes químicos. Así, por ejemplo, la temperatura se aumenta lo más rápidamente posible a la temperatura de teñido y después según sea necesario, v.g., de 20 a 120°C, preferiblemente entre 20 y 70°C, asegurándose simultáneamente el valor D permanece por debajo del límite predeterminado, y cuando el líquido de tinte se aproxima a la exhaustación o agotamiento, se cambia el pH añadiendo un ácido o una base según sea el caso, para mantener el factor D por debajo

del límite predeterminado. No obstante, si la capacidad de calentamiento del aparato de teñir es baja, resultarán apropiadas otras combinaciones de los parámetros de control.

5. En una forma del procedimiento, por ejemplo, el pH se regula por adición de un acidulador, por ejemplo lactona, imida o éster, que genera continuamente ácido in situ, en combinación con la regulación de la temperatura, v.g., entre 40 y 150°C, preferiblemente entre 70 y 150°C, particularmente en el estadio en que el líquido de tinte se aproxima al agotamiento.

10. En general, son preferibles las regulaciones de los parámetros de control indicadas a continuación, v.g.:

15. a) regulación de la temperatura en función del factor D para mantener dicho factor D por debajo del límite predeterminado mientras se mantienen los demás parámetros de control constantes.

b) regulación del pH o concentración de aceleradores químicos de adsorción, v.g., por adición de una lactona, imida a éster como acidulador, en función del factor D para mantener el factor D por debajo del límite predeterminado, o

20. c) una combinación de a) y b).

No obstante, se observará que, si fuera necesario, se puede recurrir a parámetros de control a parte de la temperatura, pH y agentes químicos, por ejemplo regulación directa del número de ciclos de v.g., el líquido de tinte, regulando la bomba de flujo del baño o, como variante, aumentando el valor del límite del factor D predeterminado, v.g., invirtiendo regularmente la dirección del flujo del líquido según se describirá más adelante. No obstante, se comprenderá que en algunos casos, los parámetros de control estarán dictados por la naturaleza del tinte y/o del substrato. Por ejemplo, el pará-

25.

30.

metro de control del pH es solamente apropiado en general cuando se trata de tintes iónicos, v.g., cuando se trata de un tinte aniónico, pero en general no es apropiado para los tintes dispersos.

5. El límite predeterminado del factor D depende del límite aceptable de irregularidad del substrato teñido y, por lo tanto, se determina experimentalmente. Así, por ejemplo, se puede efectuar por una serie de procesos de teñido, verificándose el factor D en todos ellos y efectuándose cambios apropiados en los parámetros de control, por ejemplo en la temperatura para mantener el factor D aproximadamente constante. Sobre la base de una serie de procesos diferentes, gobernándose cada proceso a lo largo de un trayecto de factor D constante y diferente, y tomando como base la uniformidad del substrato teñido resultante, se puede determinar un factor D límite por el cual los valores D sobre el valor D límite predeterminado darán por resultado teñidos desiguales.
- 10.
- 15.

- Un medio para determinar la regulación de los parámetros de control y obtener el valor del factor D constante es realizar un proceso de prueba de forma que un parámetro de control varíe linealmente en función del número de ciclos del líquido del tinte y/o substrato y verificar simultáneamente la exhaustación o agotamiento del baño. De este modo se obtiene una relación, por un lado, entre el cambio lineal en el parámetro de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato y, por otro lado, la variación resultante del valor D y, a partir de este punto, la corrección en el cambio de los parámetros de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato se puede calcular por métodos conocidos, para determinar un patrón de la variación.
- 20.
- 25.
- 30.

- del parámetro de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato, necesario para obtener un valor de factor D constante. Habiendo determinado la variación necesaria en el parámetro de control, se vuelve a efectuar el proceso variando el parámetro de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato según el patrón predeterminado y se hace un escrutinio de la desigualdad del teñido resultante. Este procedimiento se repite hasta que se determina el valor D límite, v.g., que da por resultado la norma de limitación de uniformidad en el teñido resultante.
5. del parámetro de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato según el patrón predeterminado y se hace un escrutinio de la desigualdad del teñido resultante. Este procedimiento se repite hasta que se determina el valor D límite, v.g., que da por resultado la norma de limitación de uniformidad en el teñido resultante.
10. del parámetro de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato según el patrón predeterminado y se hace un escrutinio de la desigualdad del teñido resultante. Este procedimiento se repite hasta que se determina el valor D límite, v.g., que da por resultado la norma de limitación de uniformidad en el teñido resultante.

Se observará que el patrón del parámetro del control resultante, correspondiente a un valor D aceptable, se puede emplear como programa en el proceso final de producción según se describirá con más detalle más adelante.

15. Tomando como base ensayos repetidos, se ha determinado que el valor D límite es notablemente independiente del tinte real y de la naturaleza química del substrato, pero depende sensiblemente de la naturaleza física del substrato.

20. Así, en general, se ha averiguado que el límite aceptable del factor D para el teñido por exhaustión de un substrato es del orden del 0,2 % al 20 % y de un modo más específico del orden del 0,5 al 6 % de la concentración de tinte inicial del baño.

25. En particular, se ha averiguado que para hilados y géneros de punto, el límite D es del orden del 0,5 al 1 %, para cinta de lana peinada de 1,5 a 2,5 % y para copo de lana del 2,0 al 3,0 %, basado en la concentración inicial del tinte en el baño. Dentro de las gamas mencionadas, el límite D es notablemente independiente del tipo de fibra textil en la mayoría de los casos. No obstante, como las exigencias de unifor-
30. No obstante, como las exigencias de unifor-

midad varían, por ejemplo las exigencias de uniformidad en el teñido de copo de lana son menos estrictas que cuando se trata de hilado donde, por ejemplo, el género se ha de utilizar para obtener artículos de un solo color, se comprenderá que los límites D aceptables variarían dentro de las gamas mencionadas.

5.

Se ha averiguado que el límite D puede aumentar en general bajo la influencia de ciertas condiciones químicas o físicas. Así, se ha averiguado que cambiando regularmente, particularmente invirtiendo, la dirección del flujo del líquido

10.

de tinte aumentará en general el límite D sin perjudicar la uniformidad del teñido obtenido. Como condición de cambio de flujo óptimo, se ha averiguado que una inversión de dirección de flujo por unidad de circulación del líquido de tinte produce un aumento óptimo en el límite D y, verdaderamente, se ha

15.

averiguado que el límite D puede aumentar de esta manera hasta poder alcanzar un factor de 4.

Además, se ha averiguado que el empleo de ciertos agentes químicos en el líquido del tinte puede aumentar también el límite D. Estos agentes son productos químicos que actúan induciendo un elevado régimen de movimiento del tinte y en general, aunque no necesariamente, son productos químicos conocidos también y empleados como agentes de igualación. Como ejemplos de dichos agentes químicos se citan:

20.

Se ha averiguado que añadiendo agentes químicos al

baño, el límite D puede aumentar hasta un factor de 2.

5. Cuando el líquido de tinte empleado en el procedimiento del presente invento contienen una pluralidad de tintes que no son adsorbidos sobre el substrato en la misma proporción, situación esta que es particularmente notable cuando los tintes son de clases químicas diferentes, se verificará en tinte con el régimen más rápido de adsorción para poder determinar el límite D del líquido de tinte como base para regular los parámetros de control. En tales casos, se deberá emplear un dispositivo de verificación de la exhaustación del baño que sea selectivo para el tinte con el régimen más rápido de adsorción, convenientemente un dispositivo de verificación colorimétrico, ajustándose el dispositivo verificador colorimétrico para que sea receptivo a ciertas bandas del espectro características del tinte en observación.
- 10.
15. Según se observará, el valor de D en todo el proceso de teñido se puede determinar de una manera conocida empleando equipo clásico. Así, el número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato se puede medir mediante equipo tradicional, v.g., un flujómetro y/o, según sea el caso, un aparato contador, en función del tiempo de teñido. El régimen de exhaustación del baño en función del tiempo se puede determinar también de una manera normal, v.g., de una forma manual, tomando muestras del líquido de tinte para análisis químico en función del tiempo o empleando un dispositivo de funcionamiento automático, v.g., un aparato colorimétrico que mide continuamente el agotamiento del tinte en función del tiempo. Sobre la base de los resultados obtenidos, se puede obtener una relación directa entre el agotamiento del tinte y el número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato y se puede determinar
- 20.
- 25.
- 30.

los valores del factor D sobre el proceso de teñido completo.

Además, y según resultará evidente por la descripción anterior, no es necesario, aunque sea conveniente, verificar los valores D directamente, v.g., en el proceso de teñido, puesto que se puede establecer un patrón de valor D indirectamente en una operación de teñido de prueba con respecto a los valores del factor D que caben esperar en un proceso de teñido ulterior, y partiendo de este punto, se pueden determinar los parámetros de control y la regulación necesaria para gobernar de un modo fiable el proceso a lo largo de una línea del factor D por debajo del límite D predeterminado.

Así, se puede gobernar el proceso por regulación de por lo menos uno de los parámetros de control que afecta al régimen de adsorción del tinte sobre el sustrato para mantener el factor D por debajo del límite predeterminado en todo el proceso de teñido completo, de acuerdo con una pluralidad de sistemas de gobierno del proceso.

Por ejemplo, en un primer sistema de gobierno del proceso, se efectúa una prueba empleando el sustrato, y preferiblemente también el tinte, que se han de emplear finalmente en el proceso a escala industrial. La prueba se efectúa regulando por lo menos uno de los parámetros de control, v.g., los parámetros que controlan el régimen de adsorción del tinte sobre el sustrato, por ejemplo, la temperatura del baño o el pH en función lineal del número de ciclos del líquido de tinte y/o del sustrato, al par que se mantienen constantes los parámetros de control, y verificando simultáneamente el agotamiento del baño en todo el proceso de teñido. De esta manera se obtiene la variación en el factor D con el aumento lineal en el parámetro o parámetros de control en función del número de

- ciclos del líquido de tinte y/o el sustrato y, a partir de este dato, se puede calcular la variación en el parámetro o parámetros de control y, por lo tanto, el patrón o patrones de los parámetros de control necesarios para conseguir un valor de D por debajo del límite predeterminado. De esta manera, se verifican directamente el valor D en el proceso a escala industrial, v.g., predeterminado, y también se puede predeterminar la regulación necesaria del parámetro o parámetros de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o sustrato. Así, se efectúa el proceso a escala industrial empleando el mismo sustrato, y preferiblemente el mismo tinte, y verificando el número de ciclos del líquido de tinte y/o sustrato, aplicándose la regulación predeterminada necesaria del parámetro o parámetros de control en función del número verificado de ciclos del líquido de tinte y/o sustrato, manteniéndose constantes todos los demás parámetros de control. De esta manera, se puede llevar a cabo un proceso de teñido a escala industrial fiable y reproducible con teñidos satisfactorios y que, por ser sensible al comportamiento del proceso real a escala industrial, puede hacerse funcionar a un límite D predeterminado que se aproxime mucho al límite máximo del factor D para un teñido uniforme.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.

- En una forma del sistema de gobierno del proceso descrito en primer lugar, los resultados de la prueba experimental se analizan empleando un aparato de proceso de datos, para determinar la relación entre el parámetro o parámetros de control y se obtienen los valores D correspondientes en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o el sustrato. El aparato de proceso de datos se programa también previamente con el límite predeterminado del factor D y también con
- 25.
  - 30.

- un sistema de corrección para calcular, tomando como base la información verificada entrante, la regulación del parámetro o parámetros de control en función del número de ciclos del líquido de tinte y/o substrato, necesaria para gobernar el valor
5. del factor D en un curso de producción por debajo del límite del factor D predeterminado en todo el proceso de producción ulterior. Los datos calculados se registran entonces y el registro sirve como programa para el proceso de producción ulterior.
10. Como variante, y preferiblemente, se determina un programa para el proceso de producción ulterior a partir de los datos obtenidos al predeterminar el valor límite de D según se ha descrito anteriormente, v.g., un programa de control que produzca un valor D constante en el proceso.
15. Los programas obtenidos se pueden emplear en un aparato de proceso de datos asociado con el aparato de teñir a escala industrial para regular el parámetro o parámetros de control del proceso de producción en función del número verificado de ciclos del líquido de tinte y/o substrato.
20. Según se comprenderá, se puede obtener una serie de registros programados desarrollados tomando como base pruebas experimentales, según se ha descrito anteriormente, para diferentes substratos, en combinación con tintes diferentes con el fin de establecer un método de teñir a escala industrial totalmente automatizado para una variedad de substratos
25. y tintes.
30. En un segundo sistema de gobierno del proceso, el factor D se verifica directamente durante el proceso de producción y en todo dicho proceso, y se regula por lo menos uno de los parámetros de control para mantener el valor del factor D

por debajo del límite predeterminado.

- En una forma preferente del segundo sistema, la información del valor D verificado se alimenta a un aparato de proceso de datos asociado con el aparato de teñir a escala industrial, con una salida dirigida por lo menos a un regulador de parámetros de control del baño de tinte. El aparato de proceso de datos se programa previamente con el límite predeterminado del factor D y con una o más respuestas de control primarias, si fuera necesario con una secuencia maestra de prioridades para cada una de las respuestas primarias de control.
5. Así, al registrar datos verificados indicativos de que se está alcanzando el límite del factor D predeterminado, se excita una de las combinaciones de respuestas de control primario programadas, con lo que se regula el parámetro o parámetros de control correspondientemente. Se comprenderá que el sistema tiene un sistema de realimentación incorporado de forma que el efecto de las respuestas primarias excitadas se registre también en el aparato de proceso de datos. Si por ejemplo el sistema de respuestas de control primario proporciona una regulación insuficiente, se pueden reexcitar las respuestas de control primario o se puede programar previamente el aparato de proceso de datos con una o más respuestas de control secundario que se activan al fallar el sistema de respuestas primario para conseguir una reducción suficiente del valor D. En esta forma preferente, el segundo sistema de gobierno del proceso no solamente es automático en su totalidad, sujeto a la programación previa del aparato de proceso de datos con el límite del factor D predeterminado, sino que es extremadamente sensible al comportamiento individual de cualquier proceso de producción, por lo que el proceso se puede gobernar con confianza
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

a lo largo de una línea de factor D extremadamente próxima al límite predeterminado; especialmente si el aparato de proceso de datos se programa previamente con un valor mínimo de factor D junto a las necesarias respuestas de control primario y, si se desea, secundario, para mantener el factor D por encima de dicho valor mínimo, con lo que se puede conseguir una eficacia óptima con respecto a la duración del teñido y condiciones de operación.

10. Por "registro programado", según se emplea en la presente memoria, se entiende cualquier medio clásico para registrar programas de datos, por ejemplo, tarjetas perforadas, cintas perforadas, cintas magnéticas, discos magnéticos o tambores magnéticos.

15. En general, el procedimiento del invento se puede emplear con todos los aparatos conocidos de teñir por exhausta ción que funcionen basados en principios de exceso de líquido. Como ejemplos se citan las máquinas de teñir madejas cruzadas y bobinas, máquinas de teñir en carretel, jigger de teñir a lo ancho, tinas con aspaderas, máquinas de teñir con paletas, aparatos de compactación, máquinas de teñir por chorros, máquinas de teñir rotatorias, máquinas de teñir en suspensión madejas y máquinas de teñir de elevada proporción de líquido como las conocidas con el nombre de "Fluid-o-Therm".

20. Con dos o más máquinas de teñir colocadas en tandem funcionando por líquido de tinte en circulación, la velocidad de circulación puede relacionarse con el volumen de líquido total de las máquinas de teñir en baño y se puede medir el agotamiento en el lado de entrada y de salida de todo el conjunto.

25. El procedimiento del invento es en general apropiado

30.

5. do para todas las clases de substratos, v.g., géneros textiles como son los géneros textiles fibrosos consistentes en algodón lana o seda, hilos o fibras sintéticas de polimerizados de polietileno, poliisobutileno, propateno, PVC, acetato de polivinilo, alcohol polivinílico, éter polivinílico o poliacrilonitrilo, poliuretanos, poliamidas (nylones, por ejemplo, lactamas como es la caprolactama, o polimetilendiaminas y ácidos dicarboxílicos como el nylon 6, nylon 66 y nylon 610), poliésteres así como materiales sintéticos como son los acetatos de celulosa o celulosa regenerada. Todos estos géneros textiles, así como sus mezclas, se pueden teñir según el procedimiento del invento.

10. Es conveniente equiparar los tintes con los géneros textiles que se hayan de tratar. Cuando se hayan de teñir por ejemplo fibras naturales o sintéticas de poliamidas o fibras básicas modificadas, se emplea convenientemente un tinte anión-activo hidrosoluble como el llamado tinte para lana. Dichos tintes pueden pertenecer a la clase de los tintes monoazóicos, tintes diazóicos, tintes de antraquinona, tintes metálicos de ftalocianina (por ejemplo ftalocianina de cobre o níquel), tintes de triarilmetano, tintes de xanteno, tintes nitro, tintes de dioxazina, "metalizados", v.g., tintes de complejos metálicos, v.g., la serie de tintes de complejos metálicos de 1:1 cromo, 1:2 cobalto ó 1:2 cromo, "metalizables", v.g., tintes cromatizables, tintes directos que tengan una afinidad hacia la lana y/o el nylon en baños neutros hasta ácidos, o tintes reactivos con las fibras como son los que contienen un grupo 2,4-dicloro-pirimid-5-ilo, 2,4-dicloro-1,3,5-triazin-6-ilo o acrililo.

15. Para el teñido del algodón (y otra fibra celulósica)

20.

25.

30.

ca) se pueden emplear tintes azóicos, tintes básicos, tintes directos, tintes con mordiente, tintes reactivos, tintes de azufre y tintes para tina.

5. Las fibras hidrófobas, como las fibras de poliolefinas, fibras de polivinilo y fibras de poliéster aromático de cadena lineal, se tiñen preferiblemente empleando tintes dispersos, v.g., de la serie monoazóica, diazóica, antraquinona, nitro, estirilo o quinofalona.

10. Según se sabe, se emplean tintes básicos en particular para teñir polímeros y copolímeros de acrilonitrilo. Los tintes básicos idóneos para esta finalidad son, por ejemplo, los tintes igualmente conocidos de las series nitro, estirilo, metina, polimetina, antraquinona, quinofalona, azometina o azóicos.

15. Cuando se tiñen tipos diferentes de fibras según el procedimiento del invento, se puede emplear un líquido simple que contenga un tinte para cada tipo de fibra o varios líquidos que contengan cada uno un tinte para un tipo de fibra.
20. Para el teñido de una mezcla de poliéster/algodón por ejemplo, se puede utilizar un sólo líquido que contenga un tinte disperso y un tinte reactivo o, como variante, se puede teñir también la mezcla con dos líquidos que contengan cada uno un tinte para los tipos de fibras. Para el tratamiento con agentes brillantadores ópticos, se puede emplear cualquier tinte de
25. estilbena incoloro clásico, bien sólo o mezclado con otros tintes apropiados.

30. Los líquidos de tinte empleados en el procedimiento del invento se pueden producir a partir de disolventes orgánicos que se mezclan opcionalmente con agua. Dichos disolventes pueden comprender en principio cualquiera de los disolven-

tes conocidos empleados en procesos de teñido.

A continuación se describen varias modalidades específicas del invento, a título de ejemplo, tomando como referencia los dibujos adjuntos, en los que:

5. La figura 1 es una representación esquemática en planta de una forma de aparato de teñido por exhaustación automatizado.

10. La figura 2 es una representación esquemática en planta de otra forma de aparato de teñir por exhaustación automatizado.

La figura 3 es una representación gráfica de la variación de exhaustación del baño con la variación lineal de temperatura en función del número de ciclos del líquido de tinte en una prueba experimental con el aparato de la figura 1.

15. La figura 4 es una representación gráfica de un programa de regulación de temperaturas idóneo en la operación a escala industrial del aparato de la figura 1.

20. La figura 5 es una representación gráfica de la variación de temperatura en un primer modo específico de operación a escala industrial del aparato de la figura 1.

La figura 6 es una representación gráfica de un programa de regulación del pH empleado en el primer modo específico de operaciones a escala industrial del aparato de la figura 1.

25. Las figuras 7 y 8 son representaciones gráficas de programas de regulación de la temperatura y el pH empleados en un segundo modo específico de operaciones a escala industrial del aparato de la figura 1; y

30. Las figuras 9 a 13 son representaciones gráficas de programas de regulación de temperatura empleados en modos

específicos adicionales de operación a escala industrial del aparato de la figura 1.

5. En la modalidad ilustrada en la figura 1, un aparato de teñir por exhaustación comprende una máquina de teñir de tipo clásico, v.g., una máquina de teñir madejas cruzadas y bobinas, que tiene un baño de tinte DB, provisto de una bomba P de caudal variables reversible (RVD). El baño está provisto además de un regulador de temperatura T, un regulador de pH PH y un flujómetro F para verificar el flujo de líquido de tinte.
10. El flujómetro F tiene la forma de un transductor y funciona basado en el principio de conversión electromagnética para generar una señal eléctrica a una salida del mismo, que es proporcional al flujo de líquido de tinte. El flujómetro F se acopla a un aparato de proceso de datos que comprende, en serie, un convertidor de frecuencia de la corriente A, un reductor de frecuencia B y un aparato de control E cargado con un registro programado D en forma de tarjeta perforada. El aparato de proceso de datos está provisto de salidas a los reguladores de temperatura y pH T y PH respectivamente.
15. En el funcionamiento del aparato de teñir ilustrado en la figura 1, el baño de tinte DB se carga con líquido de tinte DL y substrato S y se gradúa previamente el regulador de temperatura para conseguir la temperatura de teñido del baño lo más rápidamente posible. Después continúa automáticamente el funcionamiento del aparato de teñir. De este modo, el flujómetro F verifica de una forma continua y automática el régimen de flujo, alimentando una señal correspondiente al aparato de proceso de datos. Después que la señal se ha convertido a una forma manejable por el convertidor de frecuencia de la corriente A y el reductor de frecuencia B, se alimenta al apar-
- 20.
- 25.
- 30.

5. to de control E graduando progresivamente nuevas combinaciones de datos programados con lo que se controla la regulación del regulador de temperatura T y, si fuera necesario, el regulador de pH PH. De esta manera, el proceso de teñido, gobernado por el aparato de proceso de datos, continúa a lo largo de una operación donde el valor de D queda restringido por debajo de un límite predeterminado.

10. En una modificación del procedimiento descrito anteriormente, la bomba de caudal variable reversible P se acopla al flujómetro para efectuar la inversión del flujo una vez por cada circulación completa del volumen de líquido de tinte en el baño, aumentando de este modo el límite del factor D aceptable.

15. El límite del factor D y el programa de parámetros de control empleado en la operación descrita anteriormente se pueden predeterminar simultáneamente por experimentación según los procedimientos expuestos a continuación:

20. Se efectúa una prueba experimental variando la temperatura linealmente en función del régimen de flujo del líquido de tinte y verificando simultáneamente y registrando el régimen de exhaustación o agotamiento del baño, de nuevo en función del régimen de flujo del líquido de tinte. De este modo se obtendrá una relación como variación del agotamiento del baño con el cambio lineal en temperatura en función del régimen de flujo, según se ilustra gráficamente en la figura 3. Entonces se efectúa un cálculo para obtener la relación entre la regulación de la temperatura, con el fin de obtener el cambio lineal en la exhaustación del baño en función del régimen de flujo, según se ilustra gráficamente en la figura 4. La prueba se vuelve a repetir regulando la temperatura de acuerdo con la

25.

30.

- regulación de temperatura calculada en función del régimen de flujo, y se hace un escrutinio del teñido resultante para hallar la igualdad de teñido. El procedimiento se repite varias veces empleando gradientes diferentes de temperatura lineal en cada experimento y, de este modo, se puede determinar un valor límite del factor D. Además, la regulación de la temperatura predeterminada en función del régimen de flujo necesaria para obtener un valor del factor D aceptable y constante (v.g., según se ilustra en la figura 4) se puede emplear como programa de control de la temperatura en el proceso de producción a escala industrial descrito anteriormente. Para determinar un programa de pH, se puede volver a determinar la parte del programa de temperaturas donde se necesitan temperaturas indeseablemente elevadas con relación a la variación de pH, de una manera análoga al procedimiento de variación de la temperatura descrito anteriormente, con lo que se obtiene un programa de temperatura y pH.

- En la modalidad ilustrada en la figura 2, un aparato de teñir por exhaustación comprende una máquina de teñir de tipo clásico, v.g., una máquina de teñir madejas y bobinas y, en muchos aspectos, el aparato es análogo al ilustrado en la figura 1. Por lo tanto se emplean las mismas letras de referencia para enteros análogos. La modalidad ilustrada en la figura 2 se caracteriza porque dispone de un dispositivo de verificación de la exhaustación o agotamiento del baño en forma de un aparato colorimétrico C, junto con el flujómetro F tiene una salida al aparato de proceso de datos. El aparato de proceso de datos comprende, en serie, un aparato lógico de división G para calcular el valor del factor D sobre la base de las entradas de señal procedente del flujómetro F y el aparato

5. colorimétrico C, un comparador H que compara el valor verificado del factor D calculado en el circuito lógico de división con el límite predeterminado, estableciéndose de un modo manual el límite predeterminado en el dispositivo de graduación manual M, y proporciona una señal de error que se relaciona con la diferencia entre el valor real del factor D y el límite predeterminado, y un dispositivo de control que se programa con un registro de programa, v.g., en forma de tarjeta perforada D, llevando una serie de respuestas primarias, gobernadas por una secuencia y que se pueden excitar en la secuencia establecida por señales de error, por debajo de un valor establecido, desde el comparador H. Las salidas del aparato de proceso de datos se conectan a los reguladores de temperatura y pH I y PH.

15. En el funcionamiento del aparato de teñir ilustrado en la figura 2, el baño de tinte DB se carga con el líquido de tinte DL y substrato S y se gradúa previamente el regulador de temperatura para conseguir la temperatura de teñido del baño lo más rápidamente posible. Después el funcionamiento del aparato de teñir prosigue automáticamente. De este modo, el flujómetro F y el aparato colorimétrico C verifican continuamente el régimen de flujo y el régimen de exhaustación del baño, respectivamente, y cada uno convierte los datos medidos en una señal que se alimenta al circuito lógico de división G del aparato de proceso de datos. El circuito lógico de división convierte ambas señales en una señal unitaria representativa del valor D del baño. La señal del factor D resultante se alimenta al comparador H y se calcula una señal de error representativa de la diferencia entre la señal del valor D verificado y el límite del valor de D predeterminado. La señal de error

20.

25.

30.

se alimenta entonces al dispositivo de control I del aparato de proceso de datos que se programa previamente con la tarjeta perforada D portadora de las respuestas primarias y la secuencia de respuesta. Dependiendo de la señal de error, las respuestas primarias se excitan en la secuencia previamente programada cuando el valor D del baño se aproxima al límite predeterminado y, de este modo, se transmiten señales de control desde el sistema de proceso de datos hasta los reguladores de temperatura y pH T y PH. El aparato funciona de este modo continuamente y sirve para mantener el valor D del baño por debajo del límite predeterminado.

En una modificación del aparato anterior, el dispositivo de control I comprende simplemente un amplificador con una salida a solamente uno de los reguladores de parámetro de control, v.g., el regulador de temperatura T, constituyendo la señal amplificada procedente del dispositivo de control la fuente de energía regulada para, v.g., el calentador del baño. Por lo tanto, en esta modificación, la programación del dispositivo de control corresponde a la selección del factor de amplificación del amplificador, que puede ser fijo o variable.

El límite predeterminado del factor D se puede determinar por el procedimiento descrito anteriormente con relación a la primera modalidad.

Lo que sigue son ejemplos de modos específicos de funcionamiento del aparato de la figura 1 en teñidos a escala industrial.

#### Primer modo específico de operación

En una máquina de teñir madejas cruzadas y bobinas se tiñeron 100 partes de poliamida 6,6 de una textura desordenada, en 1000 partes de líquido de tinte acuoso que contenía 2

partes de ácido de tinte C.I. azul 280, según el programa de temperatura/circulación de la figura 5.

5. Durante el período de adsorción del tinte, se ajustó el valor de pH del tinte con ácido acético y ácido fórmico según el programa de pH/circulación de la figura 6.

En todo el proceso tuvo lugar una inversión de flujo de líquido por circulación del baño.

10. Con este procedimiento, empleando una exhaustación/circulación del baño constante del 3,3 %, se obtuvo un teñido azul sólido uniforme.

Segundo modo específico de operación

15. En un aparato de teñir en carretel, se tiñeron 100 partes de poliamida 6,6 en gémeros de punto en 1000 partes de líquido de tinte acuoso que contenía 2 partes de una amina grasa oxietilada y 2 partes de ácido tinte C.I. azul 280.

20. Los valores de temperatura y pH se controlaron simultáneamente según el programa ilustrado en las figuras 7 y 8. Con este procedimiento, empleando una exhaustación/circulación del baño constante del 1,7 %, se obtuvo un teñido azul sólido uniforme.

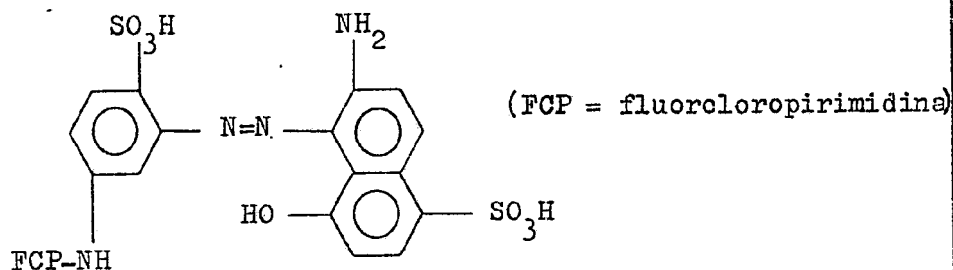
Tercer modo específico de operación

25. En una máquina de teñir madejas cruzadas y bobinas HT, se tiñeron 100 partes de hilo de poliamidas 6,6, en 1500 partes de percloroetileno, 30 partes de agua, 0,5 partes de ácido acético glacial, 5 partes de una mezcla 1:1 de dodecilsulfonato cálcico y éter de isooctilfenilglicol, 2 partes de poliglicérido de ácido esteárico (disponible en el mercado) y 0,8 partes de ácido de tinte C.I. azul 280, según el programa de temperatura/circulación ilustrado en la figura 9. El procedimiento dió por resultado una exhaustación lineal de aproxima
- 30.

damente un 1 % por circulación. Se obtuvo un teñido azul sólido uniforme.

Cuarto modo específico de operación

5. Se tiñeron 100 partes de lana en forma de cabos en 2500 partes de un líquido de tinte acuoso en una máquina de teñido en suspensión de las madejas COLORHANK (Bellmann, Haagen) a una circulación de líquido de 8 veces/minuto. El líquido tenía la composición: 3,6 partes de un tinte de la fórmula:



10. 1 parte de un compuesto de adición de aminopropil-estearilamina, 15 moles de óxido de propileno, 20 moles de óxido de etileno, y 1 mol de ácido amidosulfónico (disponible en el mercado) y 1,5 partes de ácido acético (50 %). El valor de pH final del líquido era de 4,8. El hilo se teñó según el programa de temperatura/circulación ilustrado en la figura 10 y se obtuvo un teñido rojo brillante uniforme. Se consiguió una exhaustación/circulación del baño constante del 0,9 %.

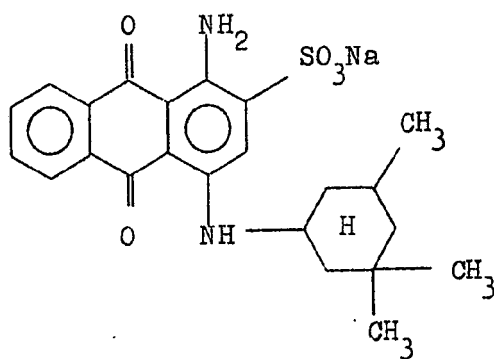
Quinto modo específico de operación

20. En una máquina de teñir madejas cruzadas y bobinas se tiñeron 100 partes de un hilo de poliacetato disponible en el mercado (que se vende con la marca registrada de "Courte-lle") con 1200 partes de un líquido de tinte acuoso que contenía 1 parte del tinte 2-(4'-N-etil-N-(3-hidroxietilaminofenil-

5. azo)-6-metoxibenzotiazol, cuaternizado con cloruro de metilo y 1,5 partes de ácido acético sódico. El valor de pH del líquido era de 4,5. El hilo se tiñó según el programa de temperatura/circulación representado en la figura 11. El teñido obtenido era uniforme a una exhaustación/circulación del baño constante de 1,2 %.

Sexto modo específico de operación

10. En un aparato de teñido en carretel HT, se tiñeron 100 partes de poliamida 6,6 en géneros de punto en 1000 partes de un líquido de tinte acuoso que contenía un compuesto de adición de 2 partes de amina grasa aminopropílica y 100 moles de óxido de etileno (disponible en el mercado) y 1,3 partes de un tinte de la fórmula:

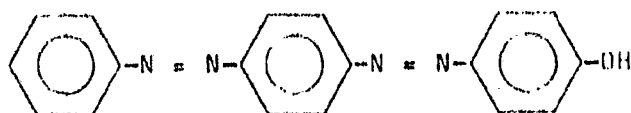


15. El valor del pH se tamponó a 6 con fosfato disódico disponible en el mercado. El programa de temperatura/circulación se ilustra en la figura 12. Se obtuvo un teñido azul sólido uniforme a una exhaustación/circulación del baño constante del 1 %.

20. Septimo modo específico de operación

En una máquina de teñir madejas cruzadas y bobinas HT, se tiñeron 100 partes de un textil de poliéster disponible

en el mercado (texturizado) en 800 partes de un líquido de tinte acuoso que contenía 1,1 partes de un tinte de la fórmula:



5            1 parte de sulfonato graso altamente sulfonado (disponible en el mercado) y 1,6 partes de sulfonato de amonio. El valor del pH se ajustó a 5,5 con ácido fórmico. Se empleó el programa de temperatura/circulación representado en la figura 13. El teñido obtenido era sólido y uniforme a una exhaustación/

10            circulación del baño del 1 %.

              Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

15

#### REIVINDICACIONES

19.- Procedimiento para teñir material textil por exhaustación, caracterizado porque comprende las etapas de determinar el agotamiento del baño de teñido por calentamiento lineal, referido a la circulación del líquido de teñido y/ó material textil; fijar a continuación al agotamiento lineal del baño por circulación del líquido de teñido y/ó material textil; y regular por último los factores físicos y/ó químicos que determinan el proceso de teñido mediante la función de agotamiento del baño referido a la velocidad de cir-

20

25

culación del líquido de teñido y/o material textil.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como factor físico se regula la temperatura mediante la función de agotamiento del baño referido a la velocidad de circulación del líquido de teñido.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como factor físico se regula el pH mediante la función de agotamiento del baño referido a la velocidad de circulación del líquido de teñido.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como factor físico se regula la dirección del líquido de teñido en circulación mediante la función de agotamiento del baño referido a la velocidad de circulación del líquido de teñido.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la regulación se efectúa mediante una combinación de las características de las reivindicaciones 2 a 4.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se varía la temperatura y se mantienen constantes los demás parámetros variables.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se varía el pH y se mantienen constantes los demás parámetros variables.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se varían la temperatura y el pH y se mantienen constantes los demás parámetros variables.

9ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque adicionalmente se varía la dirección de circulación del líquido de teñido.

10<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque para la regulación del pH se emplean una lactona, imida y/o un éster.

5

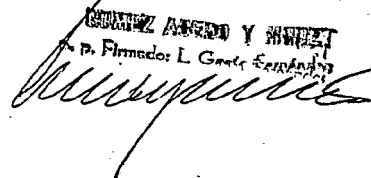
11<sup>a</sup>.- Procedimiento para teñir material textil por exhaustación, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

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

10

Madrid  
SANDOZ A.G.

23 ABR. 1976

ESQUIZ ARRIETA Y MARTEL  
P. Firmador: L. Gascó Escribano  


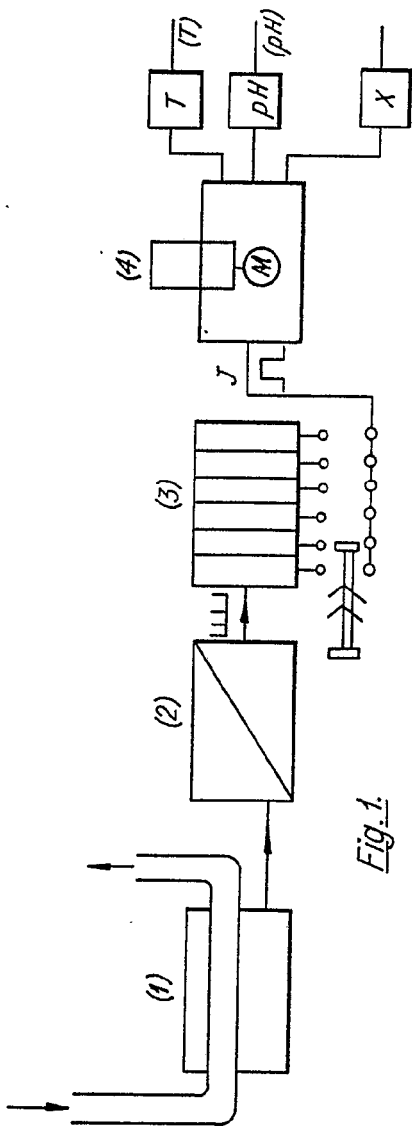


Fig. 1.

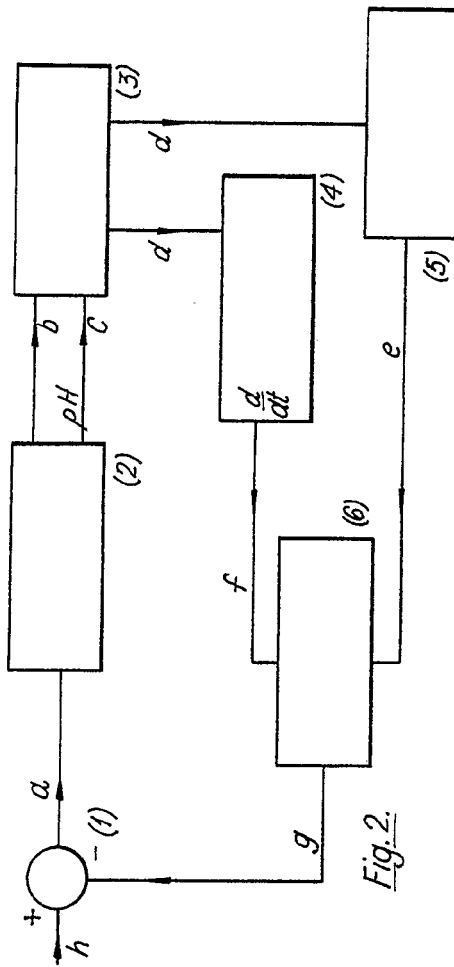


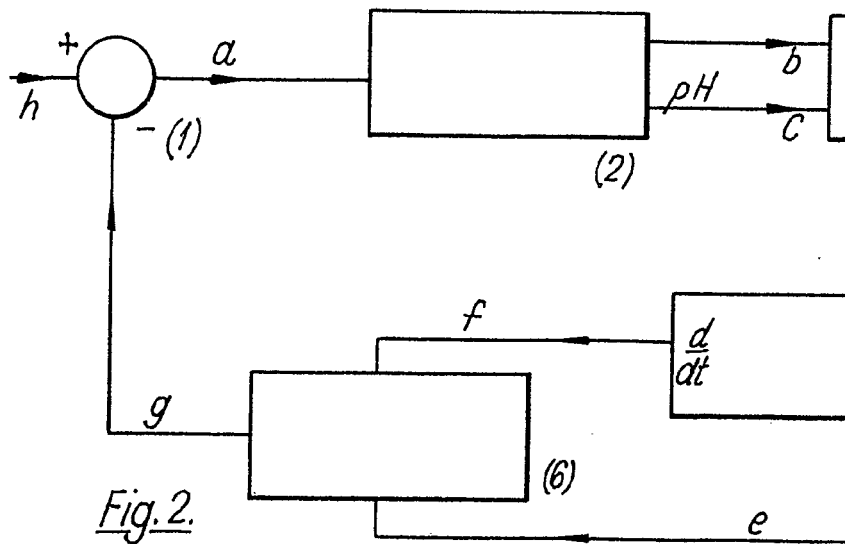
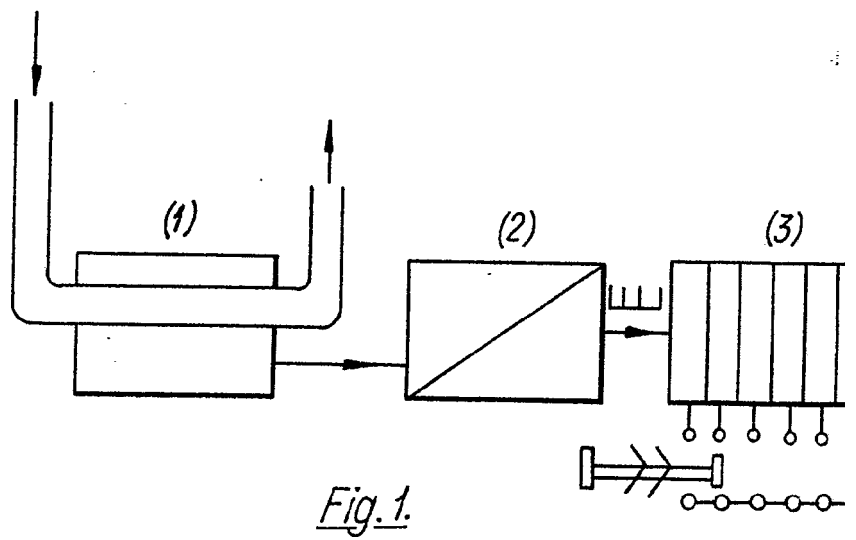
Fig. 2.

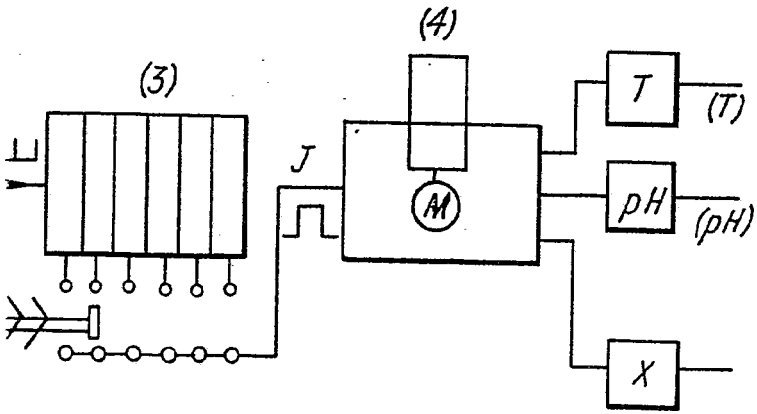
EQ. 2.1.1.1.1  
VARIABLE

- 2 FEB. 1976

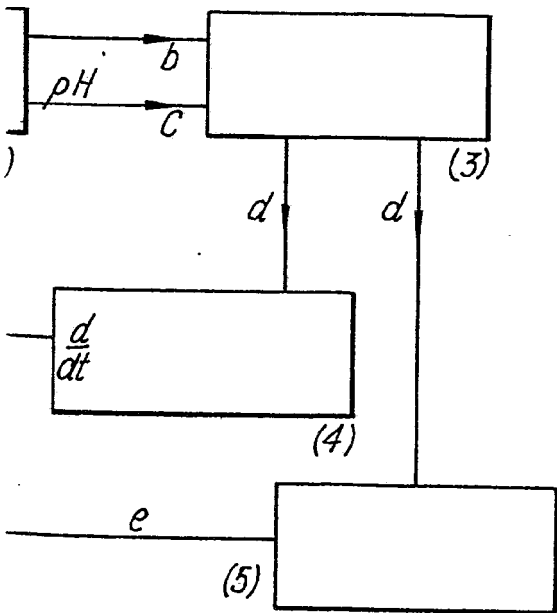
Madrid

S. GARCIA FERRAZ Y C. SANCHEZ  
S. A. S. Madrid, España





ESCALA  
VARIABLE



-2 FEB. 1976

Madrid

A. GOMEZ ACEBO Y ROJAS

Ing. de Eléctricidad y Electrónica

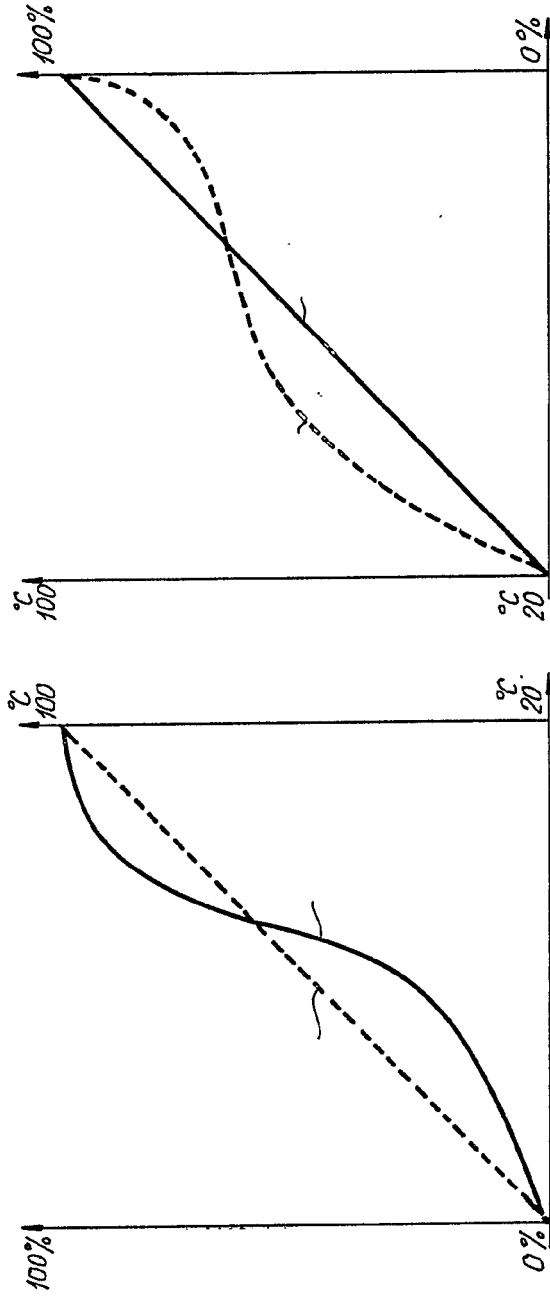
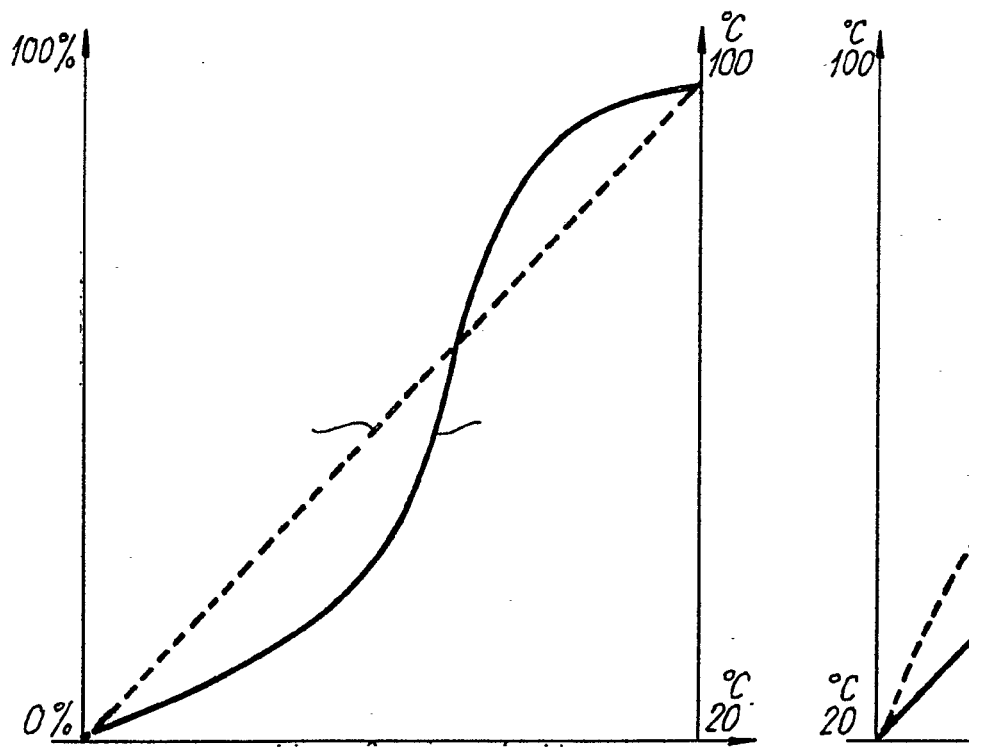


Fig. 3

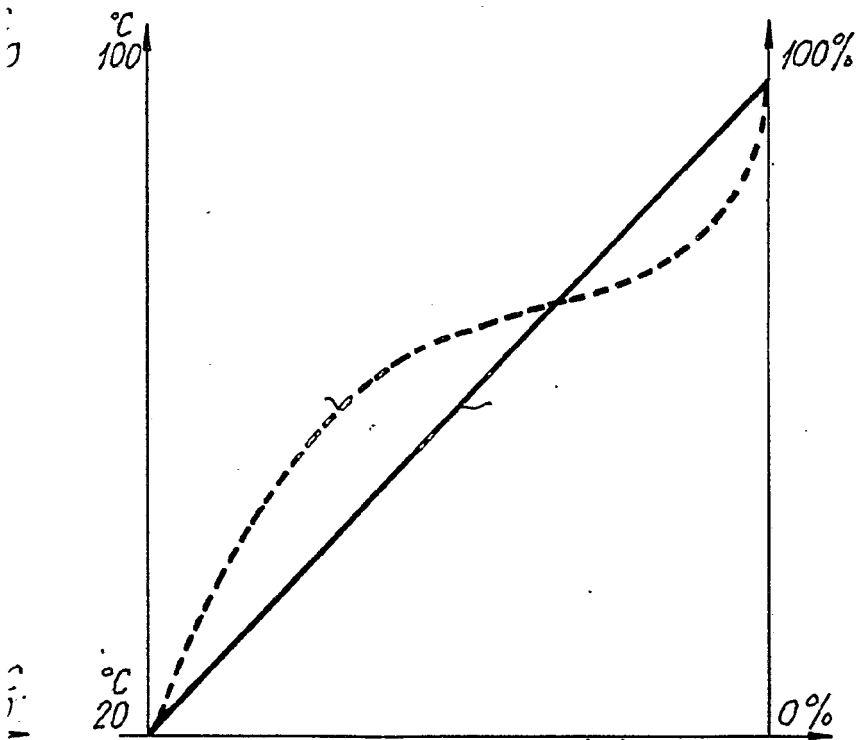
Fig. 4

ESCALA  
VARIABLE

Madrid  
E. GOMEZ ABES  
S. L.



*Fig. 3.*



ESCALA  
VARIABLE

Fig.4.

Madrid

L. GOMEZ AGUIRRE Y CAÑAS

Pl. de Elmadri, 1. Cesta Forastera