



429605

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 30 075

D O P

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR MATERIALES FIBROSOS.

Solicitante: BASF AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en
6700 Ludwigshafen, República Federal Alemana.-

Al teñir filamentos de poliamida con colorantes ácidos se obtienen, por regla general, diferentes intensidades de color, o bien diferentes matices de color sobre cada hilo que se debe a la diferente afinidad de estos hilos - a raíz de su fabricación - para con los colorantes

5.

empleados. Estas diferencias son aún más marcadas en los colorantes más estables a la humedad que en aquellos que son menos estables a la humedad. Estas diferencias conducen a la formación de barrados y perjudican, al teñir tejidos o tricotados terminados, el aspecto del artículo.

5. Se sabe que mediante la adición de sustancias tensioactivas puede lograrse una disminución de esta desigualdad. Estas sustancias tensioactivas poseen, generalmente, grupos sulfuro y penetran en forma análoga a los colorantes en las fibras de poliamida, siendo al mismo tiempo capaces de contrarrestar, contrario a los colorantes, las diferencias de afinidad existentes.

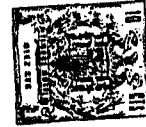
10. Es conocido de la publicación de solicitud de patente alemana DAS 1.919.120, que determinadas sustancias tensioactivas conteniendo grupos sulfuro pueden emplearse conjuntamente con poliglicoliteros catión activos conteniendo radicales alifáticos con 10 a 18 átomos de carbono, para teñir fibras de poliamida con colorantes en sí poco igualadores, obteniéndose de esta forma tejidos iguales y sin barrados. Se ha visto, sin embargo, que los productos de oxetilación catión activos desplazan el equilibrio de distribución de los colorantes entre la fibra y el baño en favor del baño, es decir se presenta un efecto retardador. En casos especiales, en particular, cuando se trata de alquilfenoles sulfatados en los que el grupo fenólico está unido con una molécula de glicol o glicerina mediante un compuesto eténico, tal y como se describe en la publicación de solicitud de patente alemana DOS 2.166.560, puede perjudicarse el efecto contra la formación de barrados, al emplear mayores cantidades en productos de oxetilación catión activos, lo que también implica un retardamiento del ácido sul-



- fónico anión activo debido al agente auxiliar catión activo. Efectos análogos se notan asimismo en las combinaciones de otros ácidos sulfónicos anión activos con productos de oxetilación catión activos, aunque este efecto varía en grado de producto a producto.
5. El objeto de la invención consiste en obtener una combinación de agentes auxiliares de igualación, con la que se puede evitar estos inconvenientes y que, sobre todo, no presenta efectos retardadores. Otro objeto de la invención consiste en aumentar la acción de las sustancias tensioactivas conteniendo grupos de ácido sulfónico de tal forma que se puedan emplear cantidades menores en sustancia.
10. Este cometido se logra con los nuevos agentes auxiliares de igualación a base de sales de sustancias tensioactivas conteniendo grupos de ácido sulfónico para teñir materiales fibrosos conteniendo fibras de poliamida o consistiendo en estas fibras, con colorantes ácidos en la zona pH ácida, si el agente auxiliar igualador está caracterizado por contener - referido a las sustancias sólidas contenidas en el agente
15. igualador - un 30 a 90 % en peso de una sustancia tensioactiva conteniendo grupos de ácido sulfónico y un 10 a 70 % en peso de una poliamida oxetilada obtenida por reacción de una parte en peso de poliamida con 2,5 a 3,5 partes en peso de óxido etilénico.
20. De la publicación de solicitud de patente alemana 1.298.713 se conoce un procedimiento para la obtención de soluciones coloidales de tales poliamidas oxetiladas en agua. Esta publicación ya alude a la posibilidad de emplear tales poliamidas oxetiladas, entre otras, como agentes auxiliares
25. de encolado, de apresto, de dispersión, para la protección de
- 30.



- la fibra y para la tintura, así como para lograr un efecto antiestático. Esta publicación hace especial referencia a que mediante estos agentes se pueda mejorar la capacidad de absorción de agua de las fibras sintéticas de poliamidas y poliésteres. No contiene, sin embargo, referencia alguna, de la cual puede concluirse que precisamente en combinación con sustancias tensioactivas puede lograrse un considerable aumento del efecto de dichos agentes, a saber la disminución de la formación de barrados en la tintura con colorantes ácidos.
- 5.
10. Estas preparaciones no muestran, por ejemplo, ningún efecto retardador y el agotamiento del baño es óptimo y considerablemente mejor que en el caso de teñir con tan sólo las sustancias tensioactivas, anión activas.
15. Los compuestos aniónicos que entran en consideración para la obtención de los agentes auxiliares igualadores, son, por regla general aquellos que contienen grupos de ácido sulfónico y que presentan, además, las propiedades tensioactivas necesarias, por contener un radical hidrófobo largo. Entran en consideración, sobre todo, los productos que contienen en cada grupo de molécula, como mínimo, 14 a 24 átomos de carbono, preferentemente 16 a 22 átomos de carbono, unidos en enlace alifático y/o aromático. Estos grupos moleculares pueden estar unidos con varios otros grupos por vía de los átomos hétéros de oxígeno o nitrógeno, pudiendo contener estos grupos entre 2 y
- 20.
25. 24 átomos de carbono en enlace alifático y/o aromático.
30. Los compuestos conteniendo grupos de ácido sulfónico se emplean en los baños de tintura en forma de sales sódicas o sales de aminas orgánicas, tales como mono, di o trietanolamina. Sean mencionados, por ejemplo, los ácidos alquilbencenosulfónicos con cadenas laterales alifáticas con 10 a 16 átomos



- de carbono, tales como los nonilbenceno, decilbenceno o dodecibenceno-sulfonatos. Además pueden mencionarse los glicerín-éteres o fenoléteres del ácido dodecilfenolsulfónico o el 1-propilenglicoléter del ácido dodecilfenolsulfónico, tal y como se describen, p.ej., en la publicación de solicitud de patente alemana DOS 2.116.560. Otros agentes adecuados son, por ejemplo, el aceite de ricino sulfonado que se obtiene por la acción de ácido sulfúrico, óleo o ácido clorosulfónico sobre aceite de ricino. Otros ejemplos son la butilamida de ácido oléico sulfonada, que se obtiene por condensación de la butilamida de ácido oléico con formaldehído y bisulfito sódico.

5. Normalmente se emplea por una parte de compuestos conteniendo grupos sulfo 0,1 a 3 partes, preferentemente 0,25 a 1 parte de poliamida oxetilada.

10. La poliamida oxetilada puede obtenerse, por ejemplo, según las indicaciones de la DAS 1.298.713, a partir de poliamidas, tales como Nylon-6 o Nylon-6,6 del peso molar de 5000 a 30.000, preferentemente 10.000 a 25.000 y teniendo alrededor de 3 a 5 moles de óxido etilénico por grupo amida en la poliamida, y se emplea, tal y como se desprende de esta publicación, en forma de solución coloidal.

15. Esto se logra disolviendo el producto de reacción de óxido etilénico y poliamida, que normalmente se obtiene haciendo reaccionar la poliamida a 80 a 100°C con óxido etilénico a presiones de entre 2 atmósferas de sobrepresión y la presión de saturación del óxido etilénico, y disolviéndolo a 90 a 150°C en agua.

20. Las nuevas preparaciones de agente auxiliar igualador son adecuadas para teñir la poliamida o un material conte-

30.



5. niendo poliamida con colorantes ácidos. Los colorantes capaces de teñir las poliamidas en forma especialmente igual con los nuevos agentes auxiliares igualadores son, por ejemplo, aquellos que se describen en los ejemplos de la publicación de solicitud de patente alemana DAS 1.935.004 o bien en la publicación de patente alemana 1.244.102. Además, entran en consideración los colorantes, tales como el colorante azul C.I. 26.360 (C.I. = índice de color), el colorante amarillo C.I. 18.835, así como combinaciones de estos colorantes.

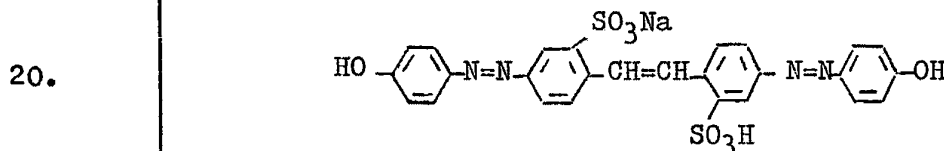
10. Las partes indicadas en los ejemplos son partes en peso.

EJEMPLOS

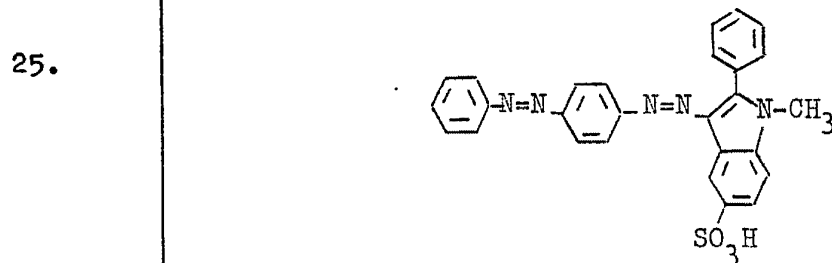
Instrucciones generales de trabajo

15. Para el teñido de 100 partes de Perlon poroso (género tricotado a partir de fibras de filamento de PA-6) en 3000 partes de agua se necesitan los siguientes colorantes:
Combinación a:

0,1 parte de un colorante amarillo de la fórmula



0,325 partes del colorante anaranjado de la fórmula:



30. 0,12 partes de un colorante azul C.I. 26.360.



Combinación b:

0,3 partes de un colorante azul C.I. 26 360

1,0 partes de un colorante amarillo C.I. 18 835.

5. A cada baño de tintura se agrega 1 g/l de fosfato monosódico, así como los agentes auxiliares indicados en cada ejemplo y los colorantes arriba indicados. Salvo indicación contraria, se calienta por 30 minutos de 80°C a temperatura de ebullición y se efectúa el teñido durante una hora a la temperatura de ebullición.

10. A. Tinturas con la combinación a:

Ejemplo 1

Preparaciones de agente auxiliar:

2 partes de una amida de ácido oléico sulfometilada, sal de Na

15. 1 parte de un producto de adición de 3 partes de óxido etilénico a 1 parte de policaprolactama del peso molar de 19 000 en solución acuosa, coloidal con un contenido en sustancias sólidas de un 40 % en peso (calculado como sustancia sólida)

20. Resultado:

Buena igualdad del teñido y buen cubrimiento de barrados. Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada: teñido bastante desigual y barrado.

Ejemplo 2

25. 2 partes de aceite de ricino sulfonado (sal de Na)

1 parte del producto de adición de 2,9 partes de óxido etilénico a 1 parte de policaprolactama del peso molar de 19 000 (como solución acuosa, coloidal al 40 %).

30. Resultado:



Buena igualdad del teñido y buen cubrimiento de barrados.
Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada:
teñido bastante desigual y barrado.

Ejemplo 3

5. 1 parte de glicerínéter del ácido dodecilsulfónico,
sal de Na

10. 1 parte del producto de adición de 3,2 partes de
óxido etilénico a 1 parte de poliamida a partir
del ácido adipínico y la hexametilendiamina del
peso molar de 16 000 (como solución acuosa y co-
loidal al 40 %)

Resultado:

Muy buena igualdad del teñido y muy buen cubrimiento de barra-
dos.

15. Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada:
teñido desigual y barrado.

Ejemplo 4

20. 1,5 partes de sal de dietanolamina del ácido dodecil
bencenosulfónico
1,0 parte en peso del producto de adición de 3,5 par-
tes de óxido etilénico a 1 parte de policapro-
lactama del p.m. de 19 000 (como solución acuosa,
coloidal según el ejemplo 1)

Resultado:

25. Muy buena igualdad del teñido y buen cubrimiento de barrados.
Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada:
teñido sumamente desigual y barrado.

Ejemplo 5

30. 1,5 partes de butilamida de ácido oléico sulfonada.
1,2 partes del producto de adición de 3 partes de

óxido etilénico a 1 parte de policaprolactama del p.m. de 19 000 (como solución acuosa, coloidal según el ejemplo 1)

Resultado:

5. Teñido igual, prácticamente sin barrados.
Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada: teñido algo desigual, barrado.

Ejemplo 6

10. 1,0 partes de monopropilenglicoléter de la sal sódica del ácido dodecilfenolsulfónico
1,5 partes del producto de adición de 3,5 partes de óxido etilénico a 1 parte de policaprolactama del p.m. de 19 000 (como solución acuosa, coloidal según el ejemplo 1)

15. Resultado:

Teñido igual, prácticamente sin barrados.
Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada: teñido algo desigual, barrado.

20. Al teñir tricotados a partir de fibras de poliamida-6,6 texturados, según las indicaciones de los ejemplos 1 a 6 se obtienen resultados análogos.

B. Tinturas con las combinaciones de colorante b:

Ejemplo 7

25. 2 partes de aceite de ricino sulfonado (sal de Na)
1 parte del producto de adición de 3,1 partes de óxido etilénico a 1 parte de policaprolactama de p.m. de 19 000 (como solución coloidal, acuosa con un contenido en sustancias sólidas de un 45%)

Resultado:

30. Teñido igual, prácticamente sin barrados.

Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada:
teñido algo desigual, barrado.

Ejemplo 8

5. 1 parte de la sal sódica del glicerinéter del ácido
dodecilfenolsulfónico

1 parte del producto de adición de 2,8 partes de
óxido etilénico a 1 parte de policaprolactama del
p.m. de 19 000 (como solución acuosa, coloidal
según el ejemplo 7)

10. Resultado:

Teñido igual, prácticamente sin barrados.

Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada:
teñido algo desigual, barrado.

Ejemplo 9

15. 1 parte de la sal de dietanolamina del ácido dodecil-
bencenosulfónico

1 parte del producto de adición de 3 partes de óxido
etilénico a 1 parte de policaprolactama (como so-
lución acuosa, coloidal según el ejemplo 1)

20. Resultado:

Teñido igual, prácticamente sin barrados.

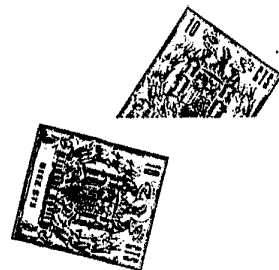
Tintura comparativa sin la adición de la poliamida oxetilada:
teñido desigual, muy barrado.

Ejemplo 10

25. 1 parte de la sal sódica de la butilamida del ácido
oléico sulfonado

1 parte del producto de adición de 3 partes de óxi-
do etilénico a 1 parte de policaprolactama (como
solución acuosa, coloidal según el ejemplo 1)

30. La tintura se efectuó durante 1 1/2 horas a 115°C.



Resultado:

Teñido igual, sin barrados.

Sin la adición de la policaprolactamo se obtuvo un teñido considerablemente inferior.

5.

N O T A

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

10.

su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 29 de agosto de 1.973, bajo el número P 23 43 418.6; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que

15.

constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR MATERIALES FIBROSOS; caracterizándose por lo siguiente:

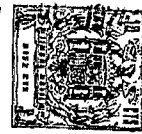
20.

1.- Procedimiento para teñir materiales fibrosos, conteniendo fibras de poliamida o consistiendo en ellas, con colorantes ácidos en la zona pH ácida, caracterizado porque se tñe en presencia de una mezcla de agentes auxiliares de igualación que contienen, referido a las sustancias sólidas respectivamente, un 30 a 90 % en peso de una sustancia tensioac
tiva conteniendo grupos de ácido sulfónico, y un 10 a 70 % en peso de una poliamida oxetilada, obtenida por reacción de 1 parte en peso de poliamida con 2,5 a 3,5 partes en peso de óxido etilénico.

25.

30.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como sustancias tensioactivas se emplean las



sales alcalinas o de amina de aceite de ricino sulfonado, ácidos alquilbencenosulfónicos, glicol, propilenglicol o glicerí-éteres de ácidos alquilfenolsulfónicos, ácidos alquilnaftalinsulfónicos o butilaminas de ácido oléico sulfonadas.

5.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la poliamida oxetilada tiene un peso molar de 5.000 a 30.000, y contiene por grupo amido 3 a 5 moles de óxido etilénico.

10.

4.- Procedimiento para teñir materiales fibrosos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 AGO. 1974

BASF AKTIENGESELLSCHAFT.-

J. GÓMEZ ACILLO Y FOLLET

p. Firmado: L. García Fernández