

437 669

Int. Cl. D06P



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

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR MATERIALES QUE CONTIENEN FIBRAS SINTÉTICAS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un nuevo procedimiento para teñir materiales que contienen fibras sintéticas, al baño tintóreo apto para la realización de este procedimiento y a los materiales de fibra teñidos por este procedimiento o por medio de dicho baño tintóreo.

Al teñir materiales textiles con colorantes insolubles en el agua o difícilmente solubles en ella, por ejemplo según el método llamado de circulación a temperatura alta, suelen surgir dificultades de dispersión, atribuibles a una distribución insuficientemente fina de los colorantes



en los baños tintóreos, Resultan así tinturas desiguales y sin solidez, sobre todo sin solidez frente al frote. Tales defectos se hacen notar entre otros casos cuando se tifican fibras sintéticas, principalmente las de poliésteres lineales, con colorantes de dispersión.

5.

Sabido es que para la estabilidad de las dispersiones de colorantes difícilmente solubles en agua pueden añadirse a los baños tintóreos ciertos agentes auxiliares, como, por ejemplo, productos de condensación de ácido naftalinsulfónico con formaldehído o sus sales alcalinas, alcoholes grasos oxietilados o sulfonatos de lignina.

10.

Sin embargo, estos productos tienen propiedades solamente dispersantes o solamente igualantes. Ambos efectos a la vez sólo se pueden conseguir pues casi exclusivamente por utilización de mezclas de diversos agentes auxiliares. Por otra parte, muchos dispersantes, por su fuerte tendencia a la espumación, perjudican el proceso de dispersión y el tintóreo.

15.

Se ha descubierto ahora un nuevo procedimiento que permite, en la tinción de materiales que contengan fibras sintéticas con colorantes difícilmente solubles hasta insolubles en agua, obtener tinturas iguales y resistentes al frote.

20.

El nuevo procedimiento consiste en teñir las fibras en presencia de un poliaducto, soluble en agua y provisto de grupos sulfo, de óxido de propileno a un alcohol alifático polivalente que presente 2 átomos de carbono a lo menos y preferentemente de 3 a 6 átomos de carbono.

25.

Con ayuda de los poliaductos aniónicos citados an-



14

tes es posible eliminar ahora los inconvenientes expuestos al principio que aparecen al teñir fibras sintéticas orgánicas, en particular fibras de poliéster, con los colorantes de dispersión sin adición de agentes auxiliares o con los aditivos actuales. El progreso técnico conseguido con este invento se basa sobre todo en la excelente acción estabilizadora de la dispersión que ejercen los poliaductos sobre el colorante, por lo que durante todo el proceso tintóreo no se produce ni agregación ni precipitación del colorante.

5. Otra ventaja más de estos compuestos utilizados como igualadores y dispersantes radica en la escasa tendencia a la espumación. No existe pues ningún riesgo de que se formen manchas de espuma en las tinturas y por lo tanto está asegurada una penetración más rápida en el género y un aumento de la velocidad de circulación en los aparatos tintóreos.

10. Los poliaductos que hallan empleo según este invento son, por ejemplo, productos de adición (transformables en un éster ácido con ayuda de un ácido monocarboxílico o dicarboxílico orgánico sulfonado, de preferencia alifático, con 3 a 6 átomos de carbono, como, por ejemplo, el ácido propiónico o el succínico, pero preferentemente con ayuda de un agente de sulfatación inorgánico, en particular ácido sulfúrico o sulfamínico) de óxido de propileno a alcoholes alifáticos polivalentes que presenten a lo menos 2, y preferentemente 3 a 6 átomos de carbono.

15. En concepto de alcoholes polivalentes conformes a la definición entran en cuenta los que presentan a lo menos dos grupos hidroxílicos; por ejemplo, los alquilendíoles con un radical alquilénico de 2 a 6 átomos de carbono, como el



etilenglicol, el 1,3- o 1,2-propilenglicol o el 1,5-pentandiol, la glicerina o el trimetilolpropano. Se utilizan preferentemente alcoholes alifáticos que presenten tres átomos de carbono y dos o tres grupos hidroxílicos.

5. Para el uso según este invento se han acreditado, por ejemplo, los productos de adición conformes a la definición sulfonados en que el poliaducto tiene un peso molecular medio de 1000 a 6000, y preferentemente de 2000 a 3500. De ellos resultan especialmente apropiados los productos de adición que se derivan del propilenglicol o la glicerina.

10. Los poliaductos provistos de grupos sulfo que se han de emplear según este invento pueden utilizarse como ácidos libres o de preferencia en forma de sus sales alcalinas o amónicas. En calidad de sales alcalinas cabe señalar particularmente las sódicas y potásicas; y en calidad de sales amónicas, las de amonio, trimetilamonio, monoetanolamonio, dietanolamonio y trietanolaminio. De preferencia los poliaductos se utilizan en forma de sales de sulfato de amonio.

15. Representantes típicos de los poliaductos provistos de grupos sulfo que hallan empleo según este invento son el
20. producto de reacción obtenido de la reacción de polipropilenglicol y ácido sulfamínico en que el polipropilenglicol tiene un peso molecular medio de 1000 a 3500, y preferentemente de 2000, y los productos de adición sulfatados, obtenidos de
25. glicerina o trimetilolpropano y óxido de propileno, en que los poliaductos tienen un peso molecular medio de 2000 a 6000, y preferentemente de 3000 a 2500.

Otro representante provisto de grupos sulfo es el semiéster de ácido sulfo-succínico de un poliaducto obtenido



por adición de óxido de propileno a glicerina, semiéster que tiene un peso molecular medio de 4000 aproximadamente.

5. Las cantidades incluídas de los aductos de óxido de polipropileno provistos de grupos sulfo oscilan según este invento entre 0,1 y 5 g, y preferentemente entre 0,5 y 2 g, por litro del baño tintóreo acuoso.

10. Suele ser deseable incorporar a la solución acuosa del poliaducto un antiespumante, para mejorar las propiedades del baño tintóreo al que se agrega el dispersante y muchas veces también para incrementar la migración del colorante. Un tipo satisfactorio de antiespumante es una emulsión de silicona; por ejemplo, una emulsión acuosa de silicona al 5 a 10 %, que también puede incluirse en combinación con alcoholes superiores de 4 a 22 átomos de carbono, en particular con 2-etil-hexanol. Sin embargo, lo más apto para antiespumante son los aductos insolubles en agua de óxido de alquileo a alcoholes superiores; por ejemplo, el aducto de alcohol estearílico y 1 mol de óxido de etileno, lo mismo que los ésteres de ácidos dicarboxílicos alifáticos y alcoholes superiores o los alcoholes superiores solos (por ejemplo, alcohol butílico o 2-etil-hexanol).
15. 20.

Sumamente apropiado ha demostrado ser el éster di-2-etil-hexílico del ácido adípico, lo mismo que el metilpolisiloxano.

25. La cantidad incluída de antiespumante puede ser ya, por ejemplo, de 0,5 % en peso, pero con ventaja de 10 % en peso a lo menos, y preferentemente de 15 a 60 % en peso, respecto al peso del poliaducto.

También pueden añadirse a la solución del poliaducto alcoholes miscibles en agua. De éstos son aptos en par-



5. particular los alcoholes alifáticos inferiores, como los alcanoles (por ejemplo, alcohol etílico, alcohol n-propílico, alcohol isopropílico y alcohol butílico terciario), los alquilen-glicoles (por ejemplo, etilenglicol y 2,5-hexandiol) y sus éteres monoalquílicos inferiores, lo mismo que sus mezclas.

10. Por colorantes insolubles en agua o difícilmente solubles en ella se entienden en el sentido de este invento los colorantes de tina, los colorantes pigmentarios y sobre todo los colorantes de dispersión que son afines a la fibra, o sea los que prenden a los materiales textiles de fibra sintética.

15. Estos colorantes pueden pertenecer a las clases más diversas y ser, por ejemplo, colorantes acridénicos, colorantes nitro, colorantes metínicos, colorantes polimetínicos, colorantes estirilícos, colorantes azoestirilícos, colorantes xanténicos, colorantes oxacínicos, colorantes aminonaftoquinónicos, colorantes cumarínicos y en particular colorantes antraquinónicos y colorantes azoicos, como los colorantes monoazoicos y disazoicos.

20. También puede utilizarse según este invento mezclas de tales colorantes.

25. El procedimiento de este invento se presta también para dar tonalidad blanca a materiales textiles no teñidos, por medio de aclaradores ópticos de difícil solubilidad en agua. Estos pueden pertenecer a cualquier clase de aclaradores. En particular se trata de compuestos estilbénicos, coumarinas, benzocumarinas, piracinas, pirazolinas, oxacinas, compuestos triazolílicos, benzoxazolílicos, benzofuránicos o bencimidazolílicos y amidas de ácido naftálico.



La cantidad de los colorantes añadidos al baño en el procedimiento de este invento se determina según la intensidad de colorido deseada; en general, han dado buenos resultados cantidades de 0,01 a 10 % en peso respecto al material de fibra incluido.

5.

Como materiales de fibra que pueden teñirse según este invento cabe citar las fibras de ésteres de celulosa, como las fibras de 2 1/2-acetato de celulosa y de triacetato de celulosa, las fibras de poliamida sintética, como las de épsilon-caprolactama, las de ácido adípico y hexametilendiamina, y las de ácido omega-a-minoundecánico, las fibras de poliuretano, las fibras de poliolefina, como las de polipropileno y las de poliacrilonitrilo, incluidas las de modacrilon y sobre todo las fibras de poliésteres lineales. Por fibras

10.

de poliésteres lineales deben entenderse aquí las fibras sintéticas que se obtienen por condensación de ácido tereftálico con etilenglicol o de ácido isoftálico o tereftálico con 1,4-bis-(hidroximetil)-ciclohexano, así como los polímeros mixtos de ácido tereftálico y ácido isoftálico con etilengli-

15.

col. Los materiales de fibra pueden emplearse también como tejidos mixtos mezclados entre sí o con otras fibras; por ejemplo, mezclas de poliacrilonitrilo y poliéster, de poliamida y poliéster, de poliéster y viscosa y de poliéster y lana.

20.

25.

El material de fibra puede hallarse para ello en los más diversos estadios de elaboración; por ejemplo, en forma de copos, género en piezas (como tejidos y géneros de punto), madejas de hilos cuerpos devanados, vellones de fibra, revestimientos textiles para el suelo o tapices afelpados.



- Las tinciones se efectúan con ventaja en baño acuoso, por el procedimiento de extracción. Las fibras de poliésteres lineales se tiñen preferentemente por el método llamado "de temperatura alta", en aparatos cerrados y para mayor conveniencia también resistentes a la presión, a temperaturas superiores a 100° C, preferentemente de 110 a 140° C, y eventualmente con presión. En calidad de recipientes cerrados son aptos, por ejemplo, los aparatos de circulación, como los equipos para teñir bobinas cruzadas o plegadores, las tinajas de aspas, las máquinas teñidoras de boquillas o de tambor, los paddels y los jiggers. La relación de líquido puede elegirse en consecuencia dentro de un amplio intervalo; por ejemplo, de 1:1 a 1:100, y preferentemente de 1:10 a 1:50. La tinción de las fibras de poliésteres lineales puede efectuarse también a temperaturas inferiores a 100° C (por ejemplo, en el intervalo de 75 a 98° C) en presencia de los transmisores de color (carriers) usuales, como fenilfenoles, policlorobencenos, xilenos, toluenos, naftalinas o difenilo. Las fibras de 2 1/2-acetato de celulosa se tiñen de preferencia a temperaturas de 80 a 85° C, mientras que las fibras de triacetato de celulosa se tiñen con ventaja al punto de ebullición (98° C) del baño acuoso.
5. 10. 15. 20.

Para teñir las fibras de 2 1/2-acetato de celulosa o de poliamida huelga el empleo de transmisores de color.

25. En la preparación de los baños tintóreos se parte de conveniencia de las soluciones acuosas del poliaducto y se añaden a ellas los agentes auxiliares apropiados, como antiespumantes y alcoholes inferiores. Los baños pueden contener ácidos minerales (como ácido sulfúrico o, de preferen-



- cia, fosfórico), ácidos orgánicos (de conveniencia, ácidos carboxílicos alifáticos inferiores, como el ácido fórmico, el acético o el oxálico) y/o sales (como acetato amónico, sulfato amónico o acetato sódico). Los ácidos sirven sobre todo para el ajuste del pH de los baños utilizables según este invento, el cual es normalmente de 4 a 8, y preferentemente de 4,5 a 6,5.

5. Se introduce el material textil en el baño, que puede presentar una temperatura de 40 a 70° C, y se le trata a esta temperatura durante 5 a 15 minutos. Luego se añade el colorante y eventualmente el carrier y se eleva la temperatura del baño, para teñir durante 50 a 100 minutos en el intervalo de temperatura que se ha indicado.

10. A continuación se enjuaga y seca como es costumbre el material teñido. No hay necesidad normalmente de tratamiento reductivo ulterior. Por lo general el género para teñir reposa en el equipo tintóreo y el líquido circula a través del género. Es importante, no sólo que exista al principio una dispersión fina del colorante, sino que el grado de dispersión se mantenga durante todo el proceso tintóreo.

15. Como es sabido, ciertos colorantes de dispersión tienden, sobre todo en las condiciones de la tinción a temperatura alta, a asumir una forma menos fina. La consecuencia de ello es que el colorante no prende ya a la fibra y se deposita en la superficie del género para teñir. Tales aglomeraciones y sedimentaciones pueden evitarse muy bien con los poliaductos aniónicos utilizables según este invento.

20. De acuerdo con el invento, el material de fibra sintética puede teñirse también continuamente, es decir, por



- impregnación con una preparación acuosa que contenga un colorante de dispersión, un poliaducto aniónico conforme a la definición y eventualmente un espesante y ácido y expresión hasta el contenido deseado de líquido de impregnación, de 60 a 120 % respecto al peso de fibra, con tratamiento térmico consecutivo, como, por ejemplo, vaporización a temperaturas de 98 a 105° C con vapor neutro saturado o bien termofijación a temperaturas de 180 a 210° C.
- 5.

- Por el procedimiento de este invento se obtienen sobre el material de fibra orgánico sintético, y particularmente sobre las fibras de poliésteres lineales, tinturas uniformes y de colorido intenso, que además se distinguen por buenas propiedades de resistencia al frote y por buenos rendimientos en color.
- 10.

- En las recetas de preparación y los ejemplos que siguen, los porcentajes significan porcentajes en peso, y las partes, partes en peso.
- 15.

RECETAS DE PREPARACION

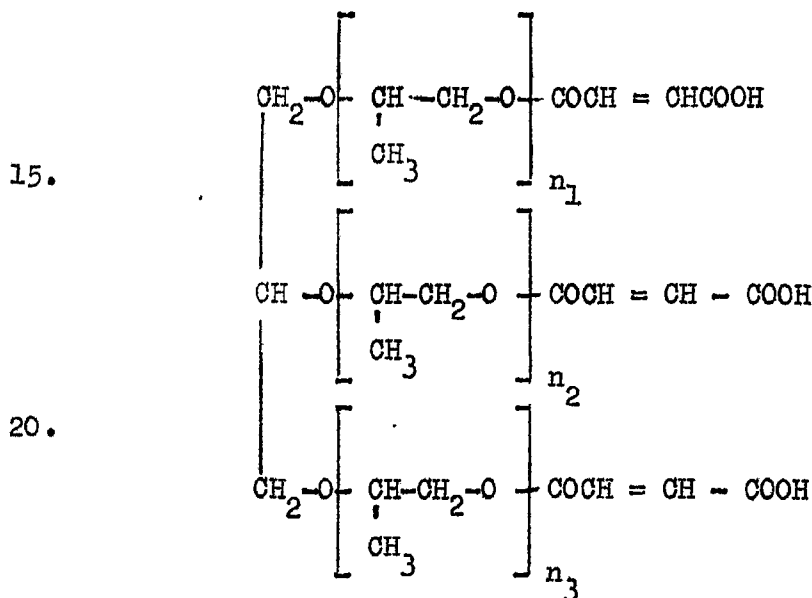
20. A. Se calientan a 60° C 100 g de polipropilenglicol puro de peso molecular medio 2000. Agitando, se introducen luego en el curso de 30 minutos 20 g de urea y 20 g de ácido sulfamínico. Se continúa la agitación por 30 minutos más, a 60-65° C, se calienta luego hasta 95° C y se mantiene por 10 horas la temperatura a 95-100° C. Se obtiene un producto amarillento y viscoso, soluble con limpidez en agua y que contiene 80 % de la sal amónica del diéster de ácido sulfúrico.
25. B. 62 g del producto de condensación de peso molecular medio 3100 obtenido a base de glicerina y óxido de propileno



se tratan como se ha descrito en A con 6,4 g de urea y 6,4 g de ácido sulfamínico y se esterifican. Se obtiene un producto viscoso, de buena solubilidad en agua, que contiene 92 % de la sal amónica del éster de ácido sulfúrico.

5. C. 75 g del producto de adición a base de trimetilolpropano y óxido de propileno, que tiene un peso molecular medio de 2540, se hacen reaccionar de la manera descrita en A con 9,6 g de ácido sulfamínico en presencia de 9,6 g de urea. Se obtiene un producto sulfatado viscoso, de buena solubilidad en agua.

10. D. 100 g de un semiéster de ácidomaleico de la fórmula



25. $(n_1+n_2+n_3 = 63$ aproximadamente; peso molecular = 4000 aproximadamente)

se agitan en reflujo durante 9 horas en 400 cc de agua, con adición de 7,12 g de metabisulfito sódico y mientras se mantiene el pH de la mezcla reaccional entre 5,5 y 6,5 por medio de 7,5 cc de una solución acuosa de hidróxido sódico al 10 %.



- Se origina una solución opalina, ligeramente amarillenta, que presenta un grado de adición, calculado respecto a la porción de sulfito no reaccionada, de 100 %. Después de la evaporación a 40-50° C, se obtienen 109 g de la sal sódica
5. del semiéster de ácido sulfosuccínico en forma de una masa pegajosa, fuertemente higroscópica.
- E. 100 g del producto de condensación de peso molecular medio 4000 obtenido de glicerina y óxido de propileno se calientan a 60° C y se introducen en ellos 10 g de urea
10. en el curso de 15 minutos y 10 g de ácido sulfamínico en el curso de 30 minutos. Después de agitar a 60-65° C durante 30 minutos, se calienta a 100° C y se mantiene la temperatura por una hora a 100° C y por nueve horas más a 105° C. El producto de sulfatación obtenido es soluble límpidamente en
15. agua.
- F. Se procede según la receta de preparación E, pero empleando 100 g de un producto de condensación de peso molecular medio:6000, obtenido de glicerina y óxido de propileno.
- G.
20. De la misma manera que en la receta de preparación E se esterifican 100 g de polipropilenglicol de peso molecular medio 1000 con 40 g de ácido sulfamínico, en presencia de 40 g de urea. El producto de reacción resultante contiene 66 % de la sal amónica del éster ácido del ácido sulfúrico y es soluble límpidamente en agua.
25. H. De la misma manera que en la receta de preparación E se esterifican 47,6 g del aducto de peso molecular medio 2380, a base de 1 mol de etilenglicol y 40 moles de óxido de propileno, con 8 g de ácido sulfamínico en presencia de 8 g



de urea.

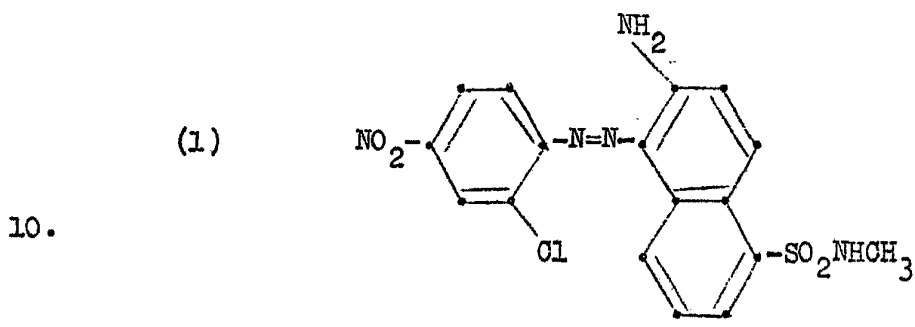
- I. A 60° C, se mezclan 40 g del producto obtenido según la receta de preparación B con 10 g de éster di-2-etil-hexílico de ácido adípico y luego con 0,5 g del aducto de
5. 1 mol de aceite de ricino y 40 moles de óxido de etileno, 3 g de agua y 2,5 g de isopropanol. Se obtiene un producto líquido homogéneo, en el que después de disolución en agua el éster de ácido adípico se halla en emulsión fina.
- K. Se mezclan 37 g del producto obtenido según la receta de preparación B con 3 g de monoetanolamina y luego con
10. 50 g de benceno. Se expulsan en vacío el benceno y el amoníaco y se obtienen así la sal monoetanolamínica del éster ácido de ácido sulfúrico del condensado de glicerina y óxido de propileno de peso molecular medio 3100.
- L. Se procede según la receta de preparación K, pero empleando en lugar de la monoetanolamina 5 g de trietanolamina. Se obtiene la sal trietanolamínica correspondiente.
15. M. Se tratan con 50 g de agua 50 g del producto obtenido según la receta de preparación B. A la solución límpida
20. obtenida se mezclan 0,8 g de una emulsión acuosa de metilpolisiloxano.

Ejemplo 1

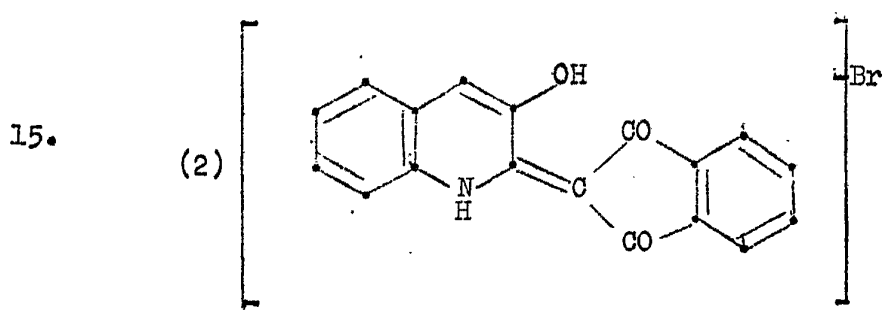
- Se tratan a 60° C durante 10 minutos 25 g de un
25. género de punto a base de tereftalato de polietilenglicol en un aparato tintóreo de circulación con un baño que contiene en 300 cc de agua 0,6 g de sulfato amónico y 0,3 g de una mezcla de agentes auxiliares constituida por 55 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B,



10 partes de éster di-2-etil-hexílico de ácido adípico y 35 partes de agua e isopropanol (1:1) y que está ajustado a pH 5,5 con ácido fórmico al 85 %. Luego se añaden al baño 1,35 g de una mezcla de colorantes constituida por 0,875 g de un colorante de la fórmula



y 0,475 g de un colorante de la fórmula



20.

y se calienta el baño tintóreo hasta 130° C en el curso de 30 minutos. Se tiñe a esta temperatura durante 60 minutos y se enfría el baño hasta 90° C. Luego se enjuaga y seca la tintura resultante. Se obtiene una tintura roja brillante, igual y sólida al frote.

Ejemplo 2

25.

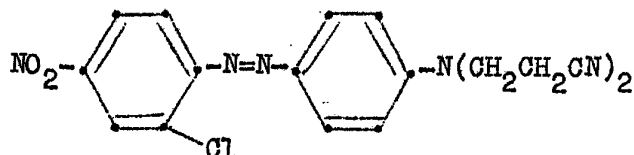
Se tratan a 60° C durante 10 minutos 400 g de un cuerpo devanado de fibras de tereftalato de polietilenglicol en un aparato tintóreo de circulación con un baño que contiene disueltos en 8 litros de agua 16 g de sulfato amónico y



8 g del diéster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación A y que está ajustado a pH 5,5 con ácido fórmico al 85 %. Luego se añade al baño 1 g de una mezcla de colorantes constituida por 0,4 g de un colorante de la fórmula

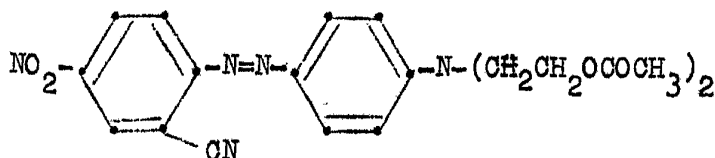
5.

(3)



10. 0,2 g de un colorante de la fórmula

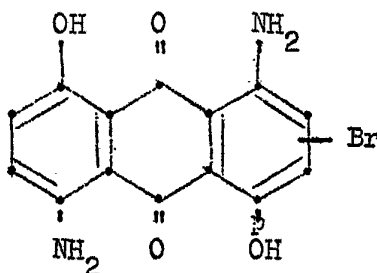
(4)



y 0,4 g de un colorante de la fórmula

15.

(5)



20.

y se calienta a 130° C durante 30 minutos. Se tiñe a esta temperatura durante 60 minutos y luego se enfría el baño hasta 90° C, se enjuaga la tintura resultante y se la seca. Se obtiene una tintura gris igual.

25.

Ejemplo 3

Si en el Ejemplo 1 o en el 2 se reemplaza cada vez el agente auxiliar allí indicado por las mismas cantidades de otro agente auxiliar constituido por 80 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B



y 20 partes del producto de condensación resultante de alcohol estearílico y 1 mol de óxido de etileno y se procede en lo demás como en el Ejemplo 1 o respectivamente 2, se obtienen asimismo tinturas iguales.

5.

Ejemplo 4

Si en el Ejemplo 1 ó 2 se reemplazan cada vez los agentes auxiliares allí indicados por las mismas cantidades de otro agente auxiliar constituido por 60 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación

10.

B y 40 partes de alcohol butílico y se procede en demás como en el Ejemplo 1 o respectivamente 2, se obtienen asimismo tinturas iguales.

Ejemplo 5

Si en el Ejemplo 1 ó 2 se reemplazan cada vez los agentes auxiliares allí indicados por las mismas cantidades de un agente auxiliar constituido por 80 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B y 20 partes de una mezcla de 5 % de aceite de silicona y 95 % de 2-etil-hexanol y se procede en lo demás como en el Ejemplo 1 o respectivamente 2, se obtienen igualmente tinturas iguales.

15.

20.

Ejemplo 6

Si en el Ejemplo 1 se reemplaza la mezcla de agentes auxiliares allí indicada por 2,2 g del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación C y 0,13 g de éster 2-etil-hexílico de ácido adípico y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el Ejemplo 1, se obtiene asimismo una tintura igual.

25.

Se llega a resultados semejantes si en lugar del agente auxiliar obtenido según la receta de preparación C se



utiliza el semiéster de ácido sulfosuocínico obtenido según la receta de preparación D.

Ejemplo 7

- Se obtienen también tinturas iguales y resistentes al frote si en el Ejemplo 2 se reemplaza el producto según la receta de preparación A por 8 g del producto según la receta de preparación I, o por 16 g del producto según la receta de preparación M, o si en el Ejemplo 1 se reemplaza la mezcla de agentes auxiliares allí citada por 0,3 g del producto según la receta de preparación I o por 0,6 g del producto según la receta de preparación.

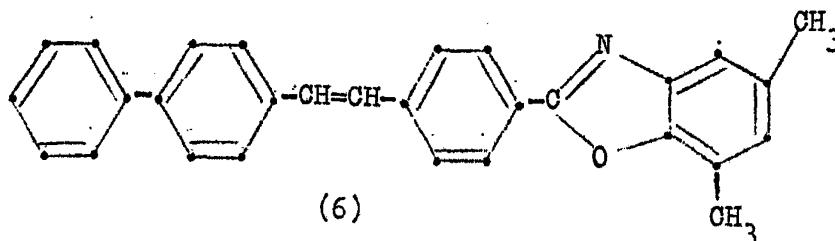
Ejemplo 8

- Se obtienen también tinturas iguales con los productos según las recetas de preparación E, F, G, H, K y L si se emplean éstos en la cantidad correspondiente en lugar del producto según la receta de preparación B y se procede como en el Ejemplo 1.

Ejemplo 9

- Se tñen a 130° C, con movimiento y durante 16 minutos 40 g de un tejido de fibras de hebra de tereftalato de polietileno en un aparato tintóreo con un baño, en la relación de líquido de 1:9, que contiene 0,5 % (respecto al peso del género) de una dispersión acuosa al 20 % del aolarador óptico de la fórmula

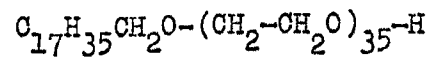
25.





y 5 g por litro del preparado según la receta de preparación I. Se suelta el baño a 130° C. El tejido, después de enjuagado y secado de la manera ordinaria, muestra un efecto de aclaración brillante y muy alto, con matiz neutro y perfecta

5. igualdad. Una tintura para la que en lugar de 0,5 g del preparado según la receta de preparación I se utilizan 4,0 g de una solución acuosa al 25 % del agente igualador de la fórmula



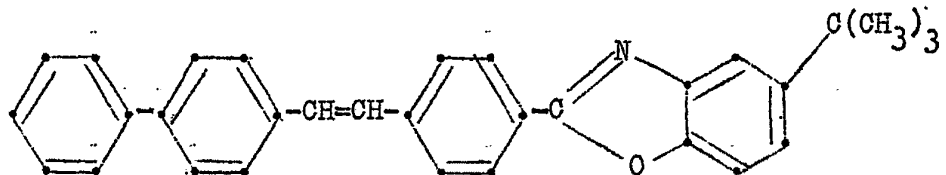
10. por litro, da, actuando en lo demás en las mismas condiciones, una aclaración mucho peor, de igualdad insuficiente. Incluso aparecen en ciertos lugares en el género tratado de coloraciones verdes debidas al aclarador no revelado.

15.

Ejemplo 10

Se fulardea un tejido de hebra de tereftalato de polietileno en un baño que contiene por litro 5 g de una dispersión acuosa al 20 % del aclarador óptico de la fórmula

20.



(7)

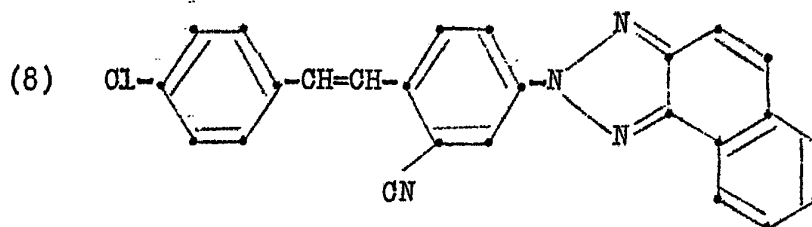
25. y 2,5 g del preparado según la receta de preparación I, (Efecto de expresión: 50 %). Luego se seca a 60° C y a continuación se fija durante 30 segundos a 190° C. Se obtiene un efecto de aclaración brillante y muy alto.

Una tintura igual, pero sin adición del preparado según la receta de preparación I, resulta de un tejido que a

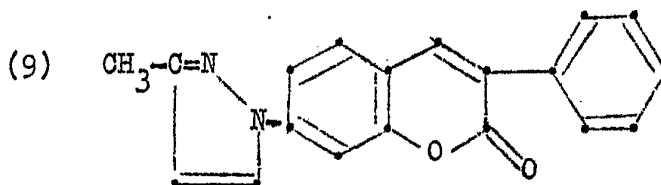


causa del aclarador óptico incompletamente revelado sólo está aclarado insuficientemente y con un tinte verdoso. Tan sólo a 210° C de temperatura de fijación se revela plenamente el aclarador, aunque sin alcanzar el efecto de una aclaración efectuada con el producto según la receta de preparación I y fijada igualmente a 210° C.

5. De la misma manera puede rebajarse, por el empleo del producto según la receta de preparación I, la temperatura de fijación de una combinación de los aclaradores ópticos de las fórmulas



15. y



de 190° C a 170° C.

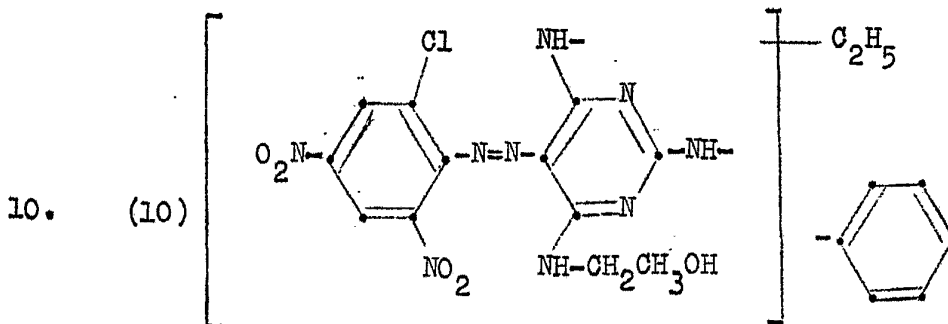
Ejemplo 11

25. Se tratan a 60° C durante 10 minutos 25 g de un género de punto de tereftalato de polietilenglicol, enrollado sobre un soporte metálico perforado, en un aparato tintórico de circulación con un baño que contiene en 300 cc de agua 0,6 g de sulfato amónico y 0,3 g de una mezcla de agentes auxiliares constituida por 55 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B, 10 partes



de éster di-2-etil-hexílico de ácido adípico y 35 partes de agua e isopropanol (1:1), más 1,5 g de un carrier del tipo de triclorobenceno/difenilo, y que está ajustado a pH 5,5 con ácido fórmico al 85 %. Luego se añaden al baño 0,625 g

5. de un colorante de la fórmula



y se calienta el baño a 98° C durante 30 minutos. Se tiñe durante 60 minutos a esta temperatura y luego se enfría el

15. baño hasta 90° C. Se enjuaga la tintura resultante y se la seca. Se obtiene una tintura roja brillante, igual y resistente al frote, que no muestra ninguna deposición de colorante en la cara interna del soporte de enrollamiento.

Ejemplo 12

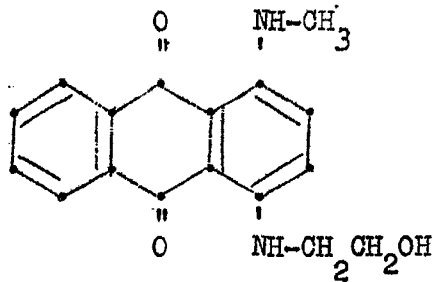
20. Se tratan a 60° C durante 10 minutos 10 g de un tejido de poliacrilonitrilo en un aparato tintóreo con un baño que contiene en 400 cc de agua 0,8 g de una mezcla de agentes auxiliares constituida por 55 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B,

25. 10 partes de éster di-2-etil-hexílico de ácido adípico y 35 partes de agua e isopropanol (1:1) y que está ajustado a pH 5,5 con ácido acético al 80 %. Luego se añaden al baño 0,05 g de un colorante de la fórmula



5.

(11)



10.

y se calienta el baño tintóreo hasta 98° C en el curso de 30 minutos. Se tiñe durante 60 minutos a dicha temperatura y se enfría el baño hasta 60° C. Después de enjuagar y secar, resulta una tintura azul clara, igual y resistente al frote.

Ejemplo 13

15.

En un aparato para teñir a temperatura alta se introducen 5 g de un tejido de triacetato en un baño que contiene 0,2 g de una mezcla de agentes auxiliares constituida por 55 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B, 10 partes de éster di-2-etil-hexílico de ácido adípico y 35 partes de agua e isopropanol (1:1), en 200 cc de agua, y que está ajustado a

20.

pH 5,5 con ácido acético al 80 %, este baño contiene además 0,05 g del colorante de la fórmula (12) utilizado en el Ejemplo 12. Se calienta el baño en el curso de 45 minutos hasta 125° C, se tiñe durante 30 minutos a esta temperatura y

25.

luego se enfría el baño hasta 80° C. La tintura obtenida se enjuaga y seca como de costumbre. Resulta una tintura azul brillante, igual y sólida al frote.

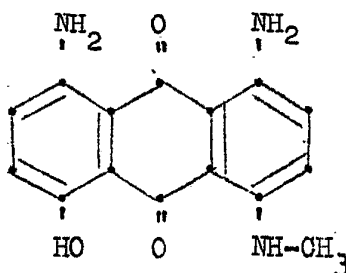
Ejemplo 14

Se deslíe 0,1 g de un colorante de dispersión de



la fórmula

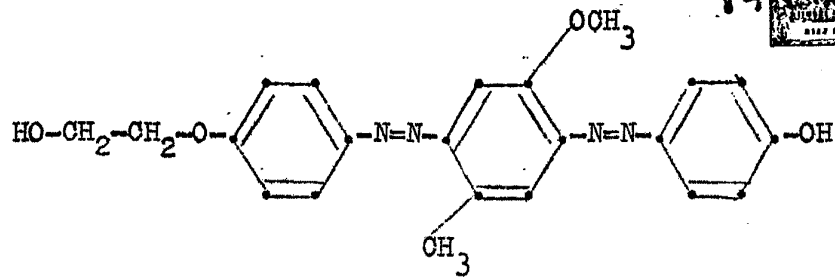
5. (12)



10. en 300 cc de agua que contiene 0,15 g de una mezcla de agentes auxiliares constituida por 55 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B, 10 partes de éster di-2-etil-hexílico de ácido adípico y 35 partes de agua e isopropanol (1:1). Luego se calienta el baño, como es costumbre en el tinte, en el curso de 30 minutos hasta 98° C y se le mantiene durante 10 minutos a esta temperatura.
15. Después del enfriamiento se hace pasar el baño tintóreo por un filtro redondo, para averiguar si existen aglomeraciones de colorante. La dispersión de colorante se mantiene intacta aún después de este tratamiento, sin que se produzcan deposiciones de colorante ocasionadas por aglomeración.

Ejemplo 15

20. 10 g de un tejido constituido por una mezcla de tereftalato de polietilenglicol y lana (50:50) se tratan en un baño tintóreo que contiene 0,8 g de sulfato amónico y 0,8 g de una mezcla de agentes auxiliares compuesta de 55 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B, 10 partes de éster di-2-etil-hexílico de ácido adípico y 35 partes de agua e isopropanol (1:1) en 400 cc de agua, así como 0,2 g del colorante de dispersión de la fórmula
- 25.



5.

(13)

y que está ajustado a pH 5,5 con ácido acético al 80 %.

Luego se calienta el baño tintóreo hasta 98° C en el curso de 30 minutos, mientras se remueve constantemente el tejido, se tiñe durante 60 minutos a dicha temperatura y se enjuaga y seca como de costumbre.

10.

El tejido así tratado muestra una tinción viva de la porción de poliéster y una manifiesta reserva de la porción de lana.

15.

Ejemplo 16

Se impregna en el fular género en piezas de poliacrilonitrilo, con absorción de líquido del 100 % en peso, empleando un baño acuoso que contiene por litro:

20.

5 g del colorante de dispersión de la fórmula (11) empleado en el Ejemplo 12,

6 g de éster de almidón y

5 g de la mezcla de agentes auxiliares constituida por 55 partes del éster de ácido sulfúrico obtenido según la receta de preparación B, 10 partes de éster di-2-etil-hexílico y 35 partes de agua e isopropanol (1:1)

25.

y cuyo pH está ajustado a 5,5 con ácido acético.

El género así tratado se trata luego, sin secado



intermedio, a 105° C (vapor saturado) durante 30 minutos en una vaporizadora. A continuación se enjuaga y seca el género de la manera ordinaria.

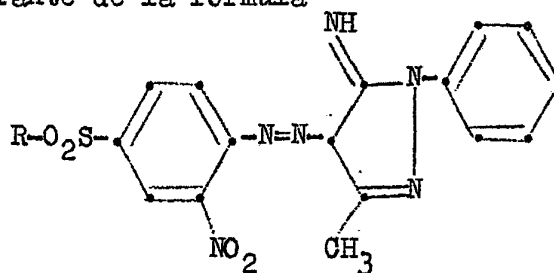
5. Se obtiene así una tintura azul clara, brillante, igual y resistente al frote.

Ejemplo 17

10. En un aparato tintóreo con un baño que contiene en 120 cc de agua 0,24 g de sulfato amónico y 0,24 g del agente auxiliar según la receta de preparación I y que está ajustada a pH 5,5 con ácido fórmico al 85 %, se tratan a 60° C durante 10 minutos 10 g de un tejido de tereftalato de polietileno texturizado. Luego se calienta el baño en el curso de 35 minutos hasta 135° C y se le añaden entonces 0,018 g de un colorante de la fórmula

15.

(14)



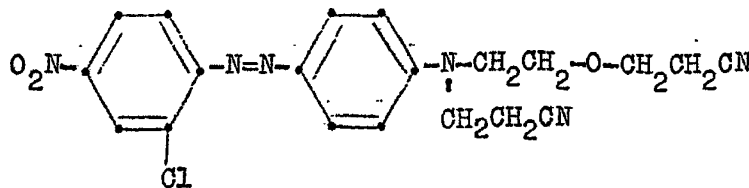
20.

R = CH₃ y C₂H₅ (1:1)

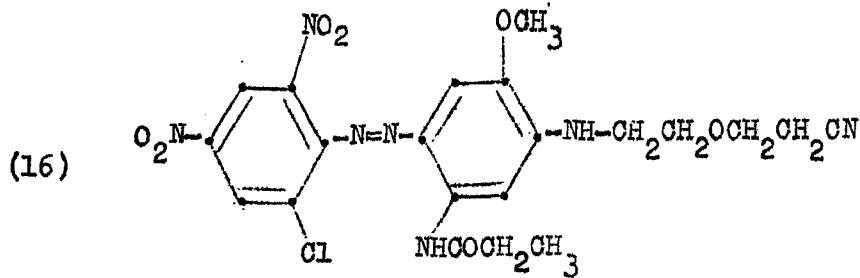
0,015 g de un colorante de la fórmula

25.

(15)



y 0,015 g de un colorante de la fórmula



5.

Se tiñe durante 30 minutos a dicha temperatura y se enfría luego hasta 90° C, se enjuaga la tintura y se la seca. Se obtiene una tintura gris igual.

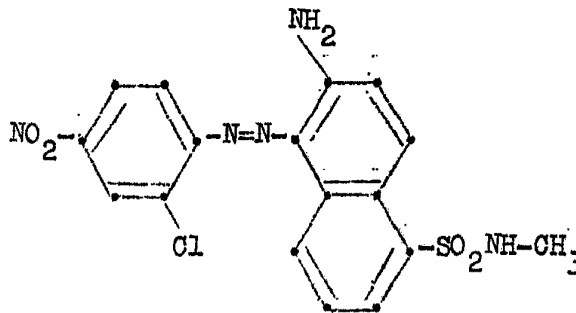
10.

Ejemplo 18

Con un baño de impregnación que contiene 29 g por litro de un colorante de la fórmula

15.

(17)



20.

10 g por litro de un agente auxiliar según la receta de preparación I,

2 g por litro de un espesante de alginato,

0,5 g por litro de sodio alquilnaftalinsulfónico y

2 g por litro de fosfato monosódico

25.

y que está ajustado a pH 6,5 con ácido acético, se impregna a temperatura de 20 a 30° C tejido de tereftalato de polietileno texturizado. A continuación se le exprime hasta el 98 % respecto al peso en seco del género, se le seca a 120° C durante 3 minutos y se le termofija a 190° C durante 45 segundos. Se lava la tintura con agua fría y se la seca.



15 MAY 1974

Se obtiene una tintura roja igual. Eventualmente puede efectuarse también, después del enjuague, la limpieza reductora acostumbrada.

= . =

5.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza n^o 6722/74 del 16 de Mayo de 1974.

10.

1.- Procedimiento para teñir materiales que contienen fibras sintéticas y en particular fibras de poliésteres lineales, con colorantes de tinción difícilmente solubles en agua o insolubles en ella, caracterizado por tratarse las fibras con un baño tintoreo, que comprende, junto a un colorante difícilmente soluble en agua hasta insoluble en ella, un agente dispersante e igualador de la tinción constituido por un poliaducto provisto de grupos sulfo y soluble en agua, de óxido de propileno a un alcohol alifático polivalente que presente a lo menos dos átomos de carbono.

15.

20.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por seleccionarse para su realización un poliaducto, provisto de grupos sulfo y soluble en agua, de óxido de propileno a un alcohol polivalente que presente de 3 a 6 átomos de carbono.

25.

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que especialmente el poliaducto provisto de grupos sulfo es un éster de ácido sulfúrico de un producto de adición de óxido de propileno a un alcohol

ME



15 MAY

polivalente que presente de 3 a 6 átomos de carbono.

- 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que particularmente el poliaducto presenta un peso molecular medio de 1000 a 6000, y preferentemente de 2000 a 3500.
5. 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado en que el poliaducto se deriva de propilenglicol o de glicerina.
10. 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque, en su realización, el poliaducto provisto de grupos sulfo se encuentra en proporción de 0,1 a 5 g, y preferentemente de 0,5 a 2 g, por litro del baño tintóreo
15. 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado en que preferentemente se utiliza el poliaducto combinado con un antiespumante.
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque en calidad de antiespumante se prefiere el éster α -2-etil-hexílico de ácido adípico.
20. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado en que la tinción se efectúa por el procedimiento de extracción.
- 10.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por efectuarse la tinción a temperatura de 110 a 140° C.
25. 11.- Procedimiento para teñir materiales que contienen fibras sintéticas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 28 páginas foliadas y escritas

me

a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 15 de Mayo de 1975

p.a.

p. p. JAIME ISERN
Firmado: JOSE F. NIETO



15 MAY. 1975

mpc.

mfE