

20 SET. 1978



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(10) ES	(11) NUMERO	466130	(19) AI
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION	18.1.1978	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO P 27 27 112.1	16.6.1977	ALEMANIA

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL D06P	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	--	--

(64) TITULO DE LA INVENCION UN PROCEDIMIENTO PARA LIMPIAR PREVIAMENTE Y TENER MATERIALES TEXTILES DE POLIESTER.
--

(71) SOLICITANTE (S) OFFENTLICHE PRUFSTELLE UND TEXTILINSTITUT FUR VERTRAGSFORSCHUNG e.V

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Frankenring 2, 4150 KREFELD, Alemania Federal.

(72) INVENTOR (ES) Ulrich BEINES, Gerhard HEIDEMANN, Gerd STEIN, Giselher VALK, de nacionalidad alemana y Sudhir DUGAL de nacionalidad india.
--

(73) TITULAR (ES) El mismo solicitante.
--

(74) REPRESENTANTE DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.
--

1 El invento se refiere a un procedimiento para limpiar
previamente y teñir materiales textiles de poliéster, así
como de mezclas de poliéster con otras materias, procedi-
5 miento en el que se evitan precipitaciones de oligómeros so-
bre los materiales, así como sobre los dispositivos emplea-
dos para la puesta en práctica del procedimiento.

Es sabido que oligómeros del poliéster, en especial los
oligómeros cíclicos, originan perturbaciones en el curso del
servicio al ser teñidos materiales textiles con contenido de
10 poliéster ("Forschungsberichte des Landes Nordrhein-Westfa-
len", nº 2526, 1976). A este respecto se presentan en espe-
cial las perturbaciones siguientes:

Precipitación de oligómeros en la instalación de teñi-
do (bombas, filtros y otros); precipitación de oligómeros
15 sobre el género (desprendimiento de polvo, alteración del di-
bujo del género); mayor abrasión (adición de guía-hilos);
desgaste aumentado de agujas en la fábrica de géneros de pun-
to y distintas tensiones del hilo en la fábrica de tejidos.

Para evitar las perturbaciones y respectivamente incon-
20 venientes señalados más arriba, han sido propuestos ya un
gran número de métodos de tratamiento para impedir las pre-
cipitaciones de oligómeros, en especial la precipitación de
oligómeros cíclicos, sobre la superficie de las fibras y en
el grupo de teñido, de cada caso durante el teñido y/o el
25 desagüe del baño de tintura. Estos métodos, que no obstante
han sido muy discutidos en el mundo técnico, se indican a
continuación:

- 1) Desagüe del baño de tintura en estado lo más caliente
30 posible, con objeto de impedir la filtración y separa-
ción de los aglomerados de oligómeros, que se forman más

- 1 fuertemente a temperaturas bajas;
- 2) no emplear agentes auxiliares no ionogéneos, puesto que estos compuestos parece ser que forman con los oligómeros compuestos difícilmente solubles;
- 5 3) empleo de tensioactivos anionactivos como dispersantes;
- 4) escaldado regular de los aparatos tintores con lejías de cloro o con hidrosulfito sódico y lejía de sosa, para eliminar las precipitaciones de oligómeros;
- 10 5) trabajar a temperaturas lo más bajas posible y tiempos de teñido lo más cortos posible, eventualmente en presencia de una cantidad pequeña de un agente auxiliar para el teñido o respectivamente carriers (no más de 1 g/l);
- 15 6) el siguiente baño de tratamiento debiera ser precaldeado hasta tal punto, que en el material textil no baje la temperatura hasta por debajo de 85° C;
- 7) una limpieza previa de las fibras de poliéster mediante extracción con disolventes orgánicos, y
- 20 8) aplicación de un agente preparativo, por ejemplo, una sustancia oleaginosa, en el tratamiento ulterior, a efectos de mejorar las cualidades de rodadura y de eliminar oligómeros salidos.

25 (Véanse: "BASF-Ratgeber Färben und Ausrüsten von Polyesterfasern", 1974, páginas 157-159; "Zeitschrift für die gesamte Textilindustrie", tomo 73, 1971, página 159; "Bayer Farbenrevue" nº 18, 1970, página 6; "Chimia" tomo 27, 1973, páginas 457-459; "Textil-Praxis" tomo 30, 1975, páginas 458-460).

30 Tal como ya se ha observado, los procedimientos indicados más arriba son muy discutidos en el mundo técnico, no siendo en modo alguno óptimos en cuanto a sus efectos de evi-

1 tar precipitaciones de oligómeros. Así, por ejemplo, han de-
mostrado investigaciones más modernas que la evacuación ca-
liente del baño de teñido no tiene influencia sustancial en
la precipitación de los oligómeros cíclicos (Melliand Tex-
5 tilberichte", tomo 55, 1974, páginas 141-149, y "Melliand
Textilberichte" tomo 54, 1973, página 863). De estas inves-
tigaciones se desprende asimismo que tampoco el empleo de
dispersantes ocasiona un descenso notable de la cantidad de
oligómeros separados por cristalización ("Melliand Textilbe-
10 richte" tomo 55, 1974, páginas 141-149).

El tratamiento previo de material textil con contenido
de poliéster se practica usualmente a 60° C hasta 90° C,
agregando tensioactivos al baño alcalino ("BASF-Ratgeber
Färben von Polyesterfasern", 8/1974, página 76 y páginas
15 166-169; "Chemiefasern" tomo 20, 1970, página 398; "Textil-
veredlung" tomo 5, 1970, página 93). También ha sido inves-
tigado el tratamiento previo con disolventes orgánicos a
temperaturas de 30° C, 75° C y 120° C ("Melliand Textilbe-
richte" tomo 56, 1975, página 392). Incluso después de un
20 tiempo de tratamiento de 75 minutos con percloroetileno a
120° C, unicamente se puede eliminar del material fibroso
hasta el 50 % de los oligómeros molestos en el teñido si-
guiente.

La extracción del trímero cíclico con disolventes orgá-
25 nicos se considera una medida que tecnicamente no puede ser
puesta en práctica ("Textilpraxis" tomo 30, 1975, página 458).

Tampoco los demás métodos de tratamiento mencionados
con anterioridad impiden las precipitaciones de oligómeros,
sino representan exclusivamente procedimientos destinados a
30 suavizar el menoscabo de las propiedades de elaboración por

1 las precipitaciones de oligómeros. Incluso se es reciente-
mente en el mundo técnico de la opinión de que no existe un
remedio universal contra la precipitación de oligómeros cí-
clicos, y de que son desconocidas adiciones de productos
5 químicos a baños de teñido, que provoquen realmente la diso-
lución del oligómero del poliéster ("Chimia" tomo 27, 1973,
página 457; "Textil-Praxis" tomo 30, 1975, página 458;
"Melliand Textilberichte" tomo 50, 1969, páginas 703-711,
830-832 y 953-960). Asimismo se es la opinión de que los
10 oligómeros cíclicos no son solubles en condiciones textiles
alcalinas de lavado ("Chemiefasern" tomo 20, 1970, página
398).

Resumiendo se puede decir que todavía no se conoce nin-
gún procedimiento practicable técnicamente, por el que se
15 puedan excluir casi por completo las precipitaciones de oli-
gómeros en la limpieza previa y en el teñido de material
textil con contenido de poliéster.

El invento se ha propuesto poner a disposición un pro-
cedimiento para la limpieza previa y el teñido de materia-
20 les textiles de poliéster, así como de mezclas de poliéster
con otras materias, procedimiento que con relación a la evi-
tación de precipitaciones de oligómeros sobre los materia-
les, así como sobre los dispositivos empleados para la pue-
sta en práctica del procedimiento, posea un mejor rendimiento
25 que los procedimientos conocidos de este tipo, y con el que
se puedan evitar casi totalmente las precipitaciones de oli-
gómeros.

En un procedimiento citado al principio se resuelve es-
te problema, por el hecho de que el material textil se trata
30 a temperaturas de entre 10° y 180° C con un baño alcalino

1 que eventualmente contiene agentes auxiliares de tinción, y se tiñe al mismo tiempo o posteriormente, agregándose en el primer caso ya colorantes al baño alcalino empleado para el tratamiento previo.

5 Los mejores resultados al emplearse un baño alcalino que no contenga agentes auxiliares de tinción, se obtienen trabajando a temperaturas de por encima de 100° C. Como otro perfeccionamiento del procedimiento de acuerdo con el invento, se emplea un baño alcalino que contiene tensioactivos no ionogéneos. Al mismo tiempo se trata el material textil a 10 temperaturas de por encima de 100° C.

En lo referente a la gama de temperaturas en que se trabaja, es de hacer observar que por lo general se trabaja con preferencia en condiciones de temperaturas altas, es decir, 15 a temperaturas superiores a 100° C. Este método de trabajo proporciona resultados óptimos, si se utiliza tan solo un baño alcalino, sin agentes auxiliares de tinción adicionales, ni tensioactivos no ionogéneos. También empleando un baño que contenga tensioactivos no ionogéneos, pero no en 20 cambio agentes auxiliares de tinción, se pueden conseguir a este particular los mejores resultados. No obstante se ha comprobado que aparte de esto, al emplearse un baño alcalino que contenga agentes auxiliares de tinción, la gama preferente de temperaturas en la que se debe trabajar depende 25 sustancialmente de la concentración del agente auxiliar de tinción en el baño. Así, por ejemplo, ha demostrado ser apropiado un modo de trabajo a temperaturas de por encima de 100° C, asimismo en el caso de concentraciones pequeñas del agente auxiliar de tinción. Ahora bien, en concentraciones 30 especialmente altas de agentes auxiliares de tinción en el

1 baño, pueden ya tratamientos en una gama de temperaturas in-
ferior a los 100° C proporcionar resultados excelentes. De
acuerdo con el invento se propone por lo tanto que en gene-
ral se trabaje en condiciones de temperaturas altas, lo que
5 no obstante no debe excluir que en determinados casos espe-
ciales, por ejemplo, el caso mencionado anteriormente de una
alta concentración de agentes auxiliares de la tinción en el
baño, se pueda trabajar a temperaturas de menos de 100° C,
en especial de a partir de 10° C hacia arriba, consiguién-
10 dose también con ello resultados favorables.

De acuerdo con el procedimiento del invento se consi-
gue por lo tanto una limpieza previa del material textil y
la evitación de precipitaciones de oligómeros, no por el he-
cho de que sean aplicados los procedimientos usuales de lim-
15 pieza previa y teñido, así como las medidas conocidas, ci-
tadas anteriormente, para reducir las precipitaciones de
oligómeros, sino porque el material textil se trata con pre-
ferencia a temperaturas superiores a 100° C con un baño al-
calino, que eventualmente contiene un agente auxiliar de la
20 tinción. Tales agentes auxiliares de la tinción, que son
bien conocidos por el perito operante en este campo, no se
emplean hasta ahora nada más que en combinación con un ba-
ño ácido.

El procedimiento de acuerdo con el invento proporciona
25 resultados excelentes en cuanto a la evitación de precipi-
taciones de oligómeros sobre los materiales textiles, así
como sobre los dispositivos empleados para la puesta en prác-
tica del procedimiento. En general puede decirse que con el
procedimiento conforme al invento, y en contraposición a los
30 procedimientos conocidos, se puede impedir la precipitación

1 de oligómeros. Este efecto, totalmente sorprendente para el
mundo técnico, se debe a una hidrólisis de los oligómeros
cíclicos antes de su cristalización, formándose productos so-
lubles, al mismo tiempo que se disuelven o dispersan las im-
5 purezas de las fibras. Por consiguiente, no solo pueden im-
pedirse conforme al invento las precipitaciones de oligóme-
ros, sino que al mismo tiempo se limpian con ello previamen-
te y se eliminan también las restantes impurezas de las fi-
bras. Aparte de todo esto, el procedimiento de acuerdo con el
10 invento da lugar a un aumento y/o una homogeneización de la
absorción y adsorción del colorante. De ello resulta una re-
ducción considerable del tiempo de tinción propiamente dicho.

De manera ventajosa se emplean en el procedimiento de
acuerdo con el invento, en calidad de agentes auxiliares de
15 la tinción, todas las materias capaces de hinchar el poliéster
y que sean suficientemente alcalinas, tales como derivados de
alcoholes aromáticos etoxilados, fenoles y sus derivados, ben-
ceno y sus derivados, furano y sus derivados, ésteres aromá-
ticos, así como sus mezclas. Ahora bien, es evidente para to-
20 do perito que pueden hallar aplicación también otras sustan-
cias que no han sido mencionadas en este lugar, siempre que
con ellas se pueda conseguir una hidrólisis y/o una disolu-
ción de los oligómeros, una limpieza previa de las impurezas
de las fibras, y una preparación de la superficie y/o de la
25 estructura de las fibras del material textil, a efectos de
una mayor absorción y adsorción del colorante.

En lo que concierne a la concentración de los agentes
auxiliares de la tinción empleados, se han podido conseguir
los mejores resultados cuando la concentración de los agentes
30 auxiliares en el baño alcalino ascendía a 0,01 g/litro hasta

1 20 g/litro.

Resultados excelentes se consiguieron con un baño empleado para el tratamiento previo, cuyo valor pH oscilaba entre 8 y 14.

5 Preferentemente se trabaja con una cuota de caldeo de entre 0 K/minuto (teñido isotérmico) y 15 K/minuto, y el tiempo de tratamiento previo asciende a 0 hasta 150 minutos.

De acuerdo con el invento, o bien se pueden agregar directamente colorantes al baño alcalino empleado para el tratamiento previo, de modo que se procede a teñir, al mismo tiempo, o bien se pueden practicar el tratamiento previo y el teñido en dos etapas sucesivas. En este último caso, el teñido a practicar después del tratamiento previo puede tener lugar en el mismo baño en que se llevó a cabo el tratamiento previo. El baño utilizado para el tratamiento previo se ajusta a este respecto ventajosamente a un valor pH apropiado para el teñido, y el colorante se agrega al mismo tiempo o después. El ajuste del valor pH se puede conseguir mediante la adición de un neutralizador apropiado.

20 Alternativamente con respecto a la solución de más arriba, en otra forma de realización del invento se procede a teñir el material textil en un baño distinto al empleado para el tratamiento previo. Utilizando para el teñido el baño empleado para el tratamiento previo, asciende el tiempo de teñido con preferencia a 0,5 hasta 300 minutos.

25 Si al tratamiento del material practicado conforme al invento se hace seguir un proceso de teñido corriente, es preferible teñir en un baño ácido, en especial con un valor pH de 4 a 6, independientemente de si se sigue utilizando el baño empleado para el tratamiento previo, ajustándolo a uno

30

1 de dichos valores pH, o de si se tiñe en un baño distinto al empleado para el tratamiento previo. En los dos casos se agrega el colorante convenientemente entre temperatura ambiente y temperatura de teñido.

5 Es conocido universalmente el teñir materiales textiles de poliéster con colorantes dispersantes en un medio ácido (véase, por ejemplo BASF-Ratgeber: "Färben und Ausrüsten von Polyesterfasern", BASF-AG, Ludwigshafen 1974). A este respecto se tiñe en una gama ligeramente ácida (valor pH: 4 - 6),
10 puesto que en la gama alcalina parece ser se producen los siguientes trastornos:

- 1) Deterioro de las fibras;
- 2) rendimiento pequeño del colorante y respectivamente cambios de matiz (por reducción, hidrólisis y variación de la solubilidad),

15 y porque los agentes auxiliares (dispersantes, formadores de complejos) parecen tener aquí su máxima eficacia.

Ante la natural sorpresa se ha comprobado ahora que, también tiñendo con un baño alcalino, que eventualmente
20 tenga agentes auxiliares de la tinción y a temperaturas de entre 10° C y 180° C, se pueden alcanzar resultados excelentes respecto a la evitación de precipitaciones de oligómeros. Tampoco los inconvenientes presumidos por el mundo técnico, que han sido citados anteriormente, desempeñan un papel
25 sustancial.

De acuerdo con una variante del procedimiento conforme al invento, se emplea por lo tanto el baño alcalino que sirve para el tratamiento previo y respectivamente para la limpieza previa, al mismo tiempo para el teñido del material textil. Esto resulta posible sencillamente por el hecho de que
30

1 al baño se le agregan colorantes seleccionados y a prueba de
álcalis, dándose seguidamente comienzo al tratamiento a al-
ta temperatura. Ahora bien, se puede proceder también de mo-
do que al baño alcalino utilizado para el tratamiento previo
5 se le agrega colorante en una fase apropiada cualquiera del
tratamiento, tiñéndose en la gama alcalina. Ha demostrado
ser especialmente conveniente que la adición del colorante
tenga lugar a este respecto a entre temperatura ambiente y
temperatura de teñido.

10 Ahora bien, al igual que en el teñido en un medio áci-
do, también aquí es posible a este respecto evacuar el baño
alcalino empleado para el tratamiento previo, y teñir en la
gama alcalina en un baño distinto al empleado para el tra-
tamiento previo.

15 Es evidente que mediante la puesta en práctica del pro-
ceso de teñido en la gama alcalina, se puede conseguir otro
acortamiento más del tiempo de teñido, especialmente en la
variante en la que el baño alcalino de tratamiento contiene
colorantes desde un principio. No obstante, también una adi-
ción de colorantes durante el tratamiento previo trae consi-
20 go un ahorro de tiempo, puesto que frente al teñido en un
medio ácido, se puede prescindir del cambio de baño, o bien,
al seguir utilizándose el baño de tratamiento previo, del
acidulado de éste.

25 A continuación del teñido, y como tratamiento ulterior,
se procede únicamente a lavar en caliente y en frío y, even-
tualmente, a acidificar, y/o se ponen en práctica los
tratamientos ulteriores usuales.

30 Para una mejor comprensión del invento, así como demos-
tración de los efectos ventajosos conseguidos con el proce-

1 dimiento, servirán los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1:

Para obtener los valores comparativos frente a los ma-
5 teriales textiles tratados de acuerdo con el invento, se
trató previamente y se tiñó poliéster de la manera siguiente:

Tratamiento previo: 0,5 g/l de tensioactivo no ionogéneo
2 g/l de sosa a
30 minutos, 70° C

10 Teñido: 2 % de C.I. Disperse Blue 79
1 g/l de dispersante
1 g/l de acetato sódico y ajuste a
pH 4,5 a 5, con ácido acético

15 Conducción de la
temperatura: 60° C 30 min → 130° C fase de caldeo
130° C fase de teñido, 60 minutos
130° C 20 min → 80° C, fase de enfriado
lavado en caliente y en frío

20 Tratamiento ulterior
reductivo: 1 g/l de un dispersante obtenible en
el mercado
3 g/l de lejía de sosa al 32 %
2 g/l de hidrosulfito sódico
tratar a 70° C durante 20 minutos, a
continuación lavado en caliente y frío

25 Tiempo total de tra-
tamiento: 200 minutos

Contenido total de
trimeros cíclicos
en la fibra:

Material de partida: 1,1 % con relación a la porción de
fibra pesada

30 Después del teñido
y del tratamiento ul-
terior: 0,8 % con relación a la porción de
fibra pesada

1	<u>Contenido de trimeros cíclicos en el baño de teñido:</u>	0,3 % con relación a la porción de fibra pesada
5	<u>Contenido de impurezas de las fibras antes del tratamiento:</u>	3,1 % con relación a la porción de fibra pesada
	<u>Contenido de impurezas de las fibras después del teñido:</u>	0,4 % con relación a la porción de fibra pesada
10	<u>Contenido superficial de trimeros cíclicos sobre la fibra:</u>	
	<u>material de partida:</u>	0,0 % con relación a la porción de fibra pesada
	<u>después del teñido y del tratamiento ulterior:</u>	0,2 % con relación a la porción de fibra pesada
15	<u>Mediciones de la fuerza de arranque conforme a DIN 53834:</u>	
	<u>material de partida:</u>	1,97 cN/dtex
	<u>después del teñido:</u>	1,80 cN/dtex
	<u>Ejemplo 2:</u>	
20	<u>Tratamiento previo:</u>	lo mismo que en el ejemplo 1
	<u>Teñido:</u>	2 % de C.I. Disperse Blue 79 1 g/l de dispersante 1 g/l de acetato sódico y ácido acético hasta un valor pH de 4,5 a 5 2 g/l de agentes auxiliares de la tinción a base de derivados del benceno
25	<u>Conducción de la temperatura:</u>	de manera análoga al ejemplo 1
	<u>Tratamiento ulterior reductivo:</u>	de manera análoga al ejemplo 1
	<u>Contenido total de trimeros cíclicos en la fibra:</u>	
30	<u>material de partida:</u>	1,1 %
	<u>después del teñido:</u>	0,3 %

1	<u>Contenido de trimeros cíclicos en el baño:</u>	0,8 % con relación a la porción de fibra pesada
	<u>Contenido de impurezas de las fibras:</u>	véase el ejemplo 1
	<u>Tiempo total de tratamiento:</u>	200 minutos
5	<u>Contenido superficial de trimeros cíclicos sobre la fibra:</u>	
	<u>materia de partida:</u>	0,0 % con relación a la porción de fibra pesada
	<u>después del teñido:</u>	0,1 % con relación a la porción de fibra pesada
10	<u>Ejemplo 3:</u>	
	De acuerdo con el procedimiento de tratamiento previo y teñido conforme al invento, se procedió de la manera siguiente:	
	<u>Tratamiento previo:</u>	1 g/l de hidróxido sódico 2 g/l de derivado del benceno
15	<u>Conducción de la temperatura:</u>	70° C → 130° C 30 minutos 130° C 10 minutos
		A 130° C se agregaron 2 % de C.I. Disperse Blue 79 1,5 g/l de ácido 1 g/l de dispersante
20		y se teñó 10 minutos a 130° C, se enfrió a 80° C, y se lavó en caliente y en frío.
		Es innecesario un tratamiento ulterior como en los ejemplos 1 y 2.
	<u>Contenido total de trimeros cíclicos:</u>	
	<u>materia de partida:</u>	1,1% con relación a la porción de fibra pesada
25	<u>después del teñido:</u>	0,1 % con relación a la porción de fibra pesada
	<u>Contenido de trimeros cíclicos en el baño:</u>	0,1 %, es decir, 80 % de los trimeros cíclicos salidos durante el teñido, han sido puestos en forma soluble.
30	<u>Contenido superficial de trimeros cíclicos sobre la fibra:</u>	

1 material de partida: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada
después del teñido: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

5 Contenido de impurezas de las fibras antes del tratamiento previo y teñido combinados: 3,1 % con relación a la porción de fibra pesada

después del tratamiento previo y teñido combinados: 0,1 % con relación a la porción de fibra pesada

10 Solideces de color:
Solidez al frote del teñido según DIN 54021: en seco: nota 5
en mójado: nota 5

solidez a la fijación por calor seco y al plisado según DIN 54060:
30" 150°C nota 5
30" 180°C nota 5
30" 210°C nota 4

15 La evaluación microscópica de las secciones transversales muestra una penetración uniforme de la tintura en la fibra.

20 Tiempo total de tratamiento: 60 minutos

Ejemplo 4:

25 Teñido con C.I. Disperse Red 11 que, según LIDDIARD (véase la revista "Textilveredlung" tomo 5, 1970, página 93), debe marcar restos de impurezas de las fibras por cambio de matiz.

Condiciones de tratamiento previo y teñido: las mismas que en el ejemplo 3

El género muestra un resultado irreprochable, sin cambios de matiz o empeoramiento de la solidez al frote.

30 Tiempo total de tratamiento: 60 minutos.

1 Ejemplo 5:

Tratamiento previo: 3 g/l de NaOH
3 g/l de un derivado del benceno

Conducción de la temperatura: 90° C → 130° C 14 minutos
130° C 10 minutos

5 Contenido total de trimeros cíclicos:

material de partida: 1,1 % con relación a la porción de fibra pesada

después del tratamiento previo: 0,2 % con relación a la porción de fibra pesada

10 Contenido de trimeros cíclicos en el baño:

0,15 %, es decir, 85 % de los trimeros cíclicos salidos en el tratamiento previo han sido puestos en forma soluble.

Ejemplo 6:

Tratamiento previo: 1 g/l de hidróxido sódico
5 g/l de un derivado del fenol

15 Conducción de la temperatura: 40° C → 90° C 20 minutos
90° C 20 minutos

Contenido total de trimeros cíclicos:

material de partida: 1,1 % con relación a la porción de fibra pesada

20 después del tratamiento previo: 0,4 % con relación a la porción de fibra pesada

Contenido de trimeros cíclicos en el baño:

0,2 % con relación a la porción de fibra pesada

Contenido superficial de trimeros cíclicos sobre la fibra:

25 material de partida: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

después del tratamiento previo: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

Ejemplo 7:

Tratamiento previo: 1 g/l de NaOH

30

1 Conducción de la temperatura: 60° C ——— 130° C 30 minutos
130° C 30 minutos

Contenido total de trimeros cíclicos:

5 material de partida: 1,1 % con relación a la porción de fibra pesada

después del tratamiento previo: 0,6 % con relación a la porción de fibra pesada

Contenido de trimeros cíclicos en el baño: 0,2 % con relación a la porción de fibra pesada.

Ejemplo 8:

10 Tratamiento previo: 1,5 g/l de Na_3PO_4
3 g/l de NP2 (nonilfenol con 2 moles de óxido de etileno)

Conducción de la temperatura: 70° C ——— 130° C 30 minutos
130° C 30 minutos

15 Contenido total de trimeros cíclicos:

material de partida: 1,1 % con relación a la porción de fibra pesada

después del tratamiento previo: 0,6 % con relación a la porción de fibra pesada

20 Contenido de trimeros cíclicos en el baño, como residuo: 0,2 % con relación a la porción de fibra pesada

25 Los ejemplos demuestran que mediante esta nueva técnica de procedimiento se pueden ahorrar costes considerables en comparación con los procedimientos usuales. Así, por ejemplo, se reducen a la mitad las necesidades de agua y de energía, mientras que el ahorro de tiempo asciende a aproximadamente 60 hasta 80 %, teniendo en cuenta los tiempos perdidos en los procedimientos convencionales de teñido para la limpieza y eliminación de los oligómeros.

30 Siguen nuevos ejemplos:

1

Ejemplo 9:

De acuerdo con el procedimiento de tratamiento previo y teñido conforme al invento, se procedió de la manera siguiente:

5

Tratamiento previo:

1 g/l de hidróxido sódico
1 g/l de dispersante

Conducción de la temperatura:

70° 30 min → 130° C
130° C 20 minutos

130° C 20 min → 90° C

10

Teñido:

Después del tratamiento previo se agregaron a 90° C

2 g/l de ácido acético al 99 %
2 % de C.I. Disperse Blue 56
1 g/l de dispersante

90° C 20 min → 130° C fase de caldeo

130° C fase de teñido, 60 minutos

130° C 20 min → 80° C, fase de enfriado lavado en caliente y en frío

15

Contenido total de trimeros cíclicos:

material de partida:

1,1 con relación a la porción de fibra pesada

después de teñido:

0,8 con relación a la porción de fibra pesada

20

Contenido de trimeros

cíclicos en el baño:

0,02 % es decir más del 95 % de los trimeros cíclicos salidos en el tratamiento previo se han hecho solubles

25

Contenido total de trimeros cíclicos:

material de partida:

0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

después del teñido:

0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

30

Solideces de color: solidez al frote del teñido conforme a

DIN 54021

en seco:
en mojado

nota 4-5
nota 4-5

1	<u>Solidez a la fijación por calor seco y al plisado conforme a DIN 54060:</u>	30" 150° C nota 5 30" 180° C nota 5 30" 210° C nota 4.
5	<u>Ejemplo 10:</u> <u>Tratamiento previo:</u>	lo mismo que en el ejemplo 2
	<u>Conducción de la temperatura:</u>	70° C <u>30 min</u> → 130° C 130° C 20 minutos
10	<u>Teñido:</u>	A 130° C se agregaron 2 g/l de ácido acético 1 g/l de dispersante 2 % de C.I. Disperse Blue 56 y se tiñó 60 minutos a 130° C, se enfrió a 80° C, y se lavó en caliente y en frío.
	En los ejemplos siguientes se tiñó en un baño alcalino.	
15	<u>Ejemplo 11:</u> <u>Tratamiento previo y teñido:</u>	1 g/l de hidróxido sódico 1 g/l de dispersante 2 % de C.I. Disperse Blue 56
	<u>Conducción de la temperatura:</u>	70° C <u>30 min</u> → 130° C fase de caldeo 130° C fase de teñido 30 minutos 130° C <u>20 min</u> → 80° C, fase de enfriado lavado en caliente y en frío acidificar con 1 g/l de ácido a 80° C
20	<u>Contenido total de trómeros cíclicos en la fibra:</u>	
	<u>materia de partida:</u>	1,1 % con relación a la porción de fibra pesada
25	<u>después del teñido:</u>	0,8 % con relación a la porción de fibra pesada
	<u>Contenido superficial de trómeros cíclicos sobre la fibra:</u>	
	<u>materia de partida:</u>	0,0 % con relación a la porción de fibra pesada
30	<u>después del teñido:</u>	0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

1 Solideces de color:
solidez al frote del
teñido conforme a
DIN 54021:
en seco: nota 4-5
en mojado: nota 4-5

5 Mediciones de la fuer-
za de arranque confor-
me a DIN 53834:
material de partida: 1,97 cN/dtex
después del teñido: 1,85 cN/dtex

Ejemplo 12:

10 Tratamiento previo: 1 g/l de hidróxido sódico
1 g/l de dispersante

Conducción de la
temperatura: 70° C 30 min → 130° C
130° C 10 minutos
A 130° C se agregaron
2 % de C.I. Disperse Blue 56
y se tiñó 30 minutos a 130° C, se en-
frió hasta 80° C, se lavó en calien-
te y en frío, y se acidificó con
15 1 g/l de ácido a 80° C.

Contenido total de
trímeros cíclicos
en la fibra:
material de partida: 1,1 % con relación a la porción de
fibra pesada
después del teñido: 0,8 % con relación a la porción de
fibra pesada.

20 Contenido superficial
de trímeros cíclicos
sobre la fibra:
material de partida: 0,0 % con relación a la porción de
fibra pesada
después del teñido: 0,0 % con relación a la porción de
fibra pesada

25 Solideces de color:
Solidez al frote del
teñido conforme a
DIN 54021:
en seco: nota 4-5
en mojado: nota 4-5

30 Mediciones de la fuer-
za de arranque confor-
me a DIN 53834:
material de partida: 1,97 cN/dtex
después del teñido: 1,88 cN/dtex

Ejemplo 13:

Tratamiento previo: lo mismo que en el ejemplo 5

Conducción de la temperatura: 70° C 30 min → 130° C

130° C 20 minutos

130° C → 90° C

Teñido:

A. 90° C se agregaron

2 % de C.I. Disperse Blue 56

90° C 20 min → 130° C, fase de caldeo

130° C fase de teñido 30 minutos

130° C 20 min → 80° C, fase de enfriado

lavado en caliente y en frío y acidificado con

1 g/l de ácido a 80° C.

Contenido total de trimeros cíclicos en la fibra:

materia de partida: 1,1 % con relación a la porción de fibra pesada

después del teñido: 0,8 % con relación a la porción de fibra pesada

Contenido superficial de trimeros cíclicos sobre la fibra:

materia de partida: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada.

después del teñido: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

Solideces de color:

Solidez al frote del teñido conforme a

DIN 54021:

en seco: nota 4-5

en mojado: nota 4-5

Mediciones de la fuerza de arranque conforme a DIN 53834:

materia de partida: 1,97 cN/dtex

después del teñido: 1,80 cN/dtex.

Ejemplo 14:

Tratamiento previo: lo mismo que en el ejemplo 5

Conducción de la temperatura: de manera análoga al ejemplo 6

1 Teñido: Se evacuó el baño, y se procedió a teñir en un baño nuevo, con las adiciones siguientes:

5 1 g/l de hidróxido sódico
2 % de C.I. Disperse Blue 56.
1 g/l de dispersante
80°C 20 min → 130°C fase de caldeo
130° C fase de teñido 30 minutos
130°C 20 min → 80° C fase de enfriado
lavado en caliente y frío y acidificado con 1 g/l de ácido a 80° C

Contenido total de trimeros cíclicos en la fibra:

10 material de partida: 1,1 % con relación a la porción de fibra pesada
después del teñido: 0,8 % con relación a la porción de fibra pesada

Contenido superficial de trimeros cíclicos sobre la fibra:

15 material de partida: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada
después del teñido: 0,0 % con relación a la porción de fibra pesada

Solideces de color:

Solidez al frote del teñido conforme a DIN 54021:

en seco: nota 4-5
en mojado: nota 4-5

20 Mediciones de la fuerza de arranque conforme a DIN 53834:

material de partida: 1,97 cN/dtex
después del teñido: 1,75 cN/dtex

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

30 1. Un procedimiento para limpiar previamente y teñir materiales textiles de poliéster, así como de mezclas de poliéster con otras materias, procedimiento en el que se impiden precipitaciones de oligómeros sobre los materiales, así

1 como sobre los dispositivos empleados, para la puesta en
práctica del procedimiento, caracterizado porque el material
textil se trata a temperaturas de entre 10° C y 180° C con
un baño alcalino, que eventualmente contiene agentes auxi-
5 lieres de la tinción, y se tiñe al mismo tiempo o a conti-
nuación, agregándose en el primero de estos casos colorantes
al baño alcalino empleado ya para el tratamiento previo.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1, caracterizado porque, al emplearse un baño alcalino que
10 no contenga agentes auxiliares de la tinción, se trabaja a
temperaturas superiores a 100° C.

3. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicacio-
nes 1 ó 2, caracterizado porque se emplea un baño alcalino,
que contiene tensioactivos no ionogéneos, y porque el mate-
15 rial textil se trata a temperaturas de por encima de 100° C.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1, caracterizado porque, en concentraciones pequeñas del
agente auxiliar de la tinción en el baño, se trabaja a tem-
peraturas superiores a 100° C, y en concentraciones altas,
20 a temperaturas inferiores a 100° C.

5. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de
las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque, como agen-
tes auxiliares de la tinción, se emplean todas las sustancias
que hinchan el poliéster y que sean suficientemente estables
25 frente a los álcalis, tales como derivados de alcoholes aro-
máticos etoxilados, fenoles y sus derivados, benceno y sus
derivados, furano y sus derivados, ésteres aromáticos, así
como sus mezclas.

6. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de
30 las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la

1 concentración de agentes auxiliares de la tinción en el baño
asciende a 0,01 hasta 20 g/l.

5 7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de
las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el
valor pH del baño empleado para el tratamiento previo osci-
la entre 8 y 14.

10 8. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de
las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la
cuota de caldeo oscila entre 0 K/minuto (teñido isotérmico)
y 15 K/minuto.

9. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de
las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el
tiempo del tratamiento previo asciende a entre 0 y 150 minu-
tos.

15 10. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de
las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque des-
pués del tratamiento previo, el baño empleado para ello se
ajusta a un valor pH apropiado para las condiciones del te-
ñido, agregándose al mismo tiempo o seguidamente el coloran-
te.

20 11. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de
las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el material
textil se tiñe en un baño distinto al baño empleado para el
tratamiento previo.

25 12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
10, caracterizado porque el tiempo de teñido asciende a 0,5
hasta 300 minutos, si se emplea el baño utilizado para el
tratamiento previo.

30 13. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicacio-
nes 10 u 11, caracterizado porque, después del tratamiento

1 previo, se tiñe en un baño ácido.

5 14. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, caracterizado porque al baño del tratamiento previo, ajustado a las condiciones de teñido, o al baño nuevo empleado, se le agregan colorantes a entre temperatura ambiente y temperatura de teñido, y se tiñe.

10 15. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque al baño alcalino empleado para el tratamiento previo se le agregan colorantes seleccionados y resistentes a los álcalis, tiñéndose en la gama alcalina.

15 16. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15, caracterizado porque la adición de los colorantes tiene lugar a entre temperatura ambiente y temperatura de teñido.

18 17. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado porque se tiñe en la gama alcalina, en un baño distinto al baño empleado para el tratamiento previo.

20 18. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque, a continuación del teñido, y en calidad de tratamiento ulterior, unicamente se lava en caliente y en frío y/o se llevan a cabo los tratamientos ulteriores usuales.

25 19. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA LIMPIAR PREVIAMENTE Y TERNIR MATERIALES TEXTILES DE POLIESTER.

1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de veintiseis pági-
nas mecanografiadas.

Madrid, 18 enero 1.978

5 BERNARDO UNGRIA

P. F.



10

15

20

25

30