



ESPAÑA

10 ES	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100
NÚMERO												A1																																																																														
472454																																																																																										
FECHA DE PRESENTACION																																																																																										

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

Cas 1-11291/+
PATENTE DE INVENCION

A1 472454 — D 06 P 3/54

50 PRIORIDADES: 51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
9800/77	10 Agosto	Suiza
MICROFILMADO MICROFICHAS		

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

54 TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA LA TINCION O EL TRATAMIENTO ULTERIOR DE LAS FIBRAS DE POLIESTER"

71 SOLICITANTE (S)
CIBA-GEIGY AG.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Basilea (Suiza)

72 INVENTOR (ES)
Dr. Paul Schäfer y Heinz Abel

73 TITULAR (ES)
CIBA-GEIGY AG.

74 REPRESENTANTE
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

DESCRIPCIÓN

=====

Este invento se refiere a un procedimiento para la tinción o el tratamiento ulterior de las fibras de poliéster, en el cual, con empleo de ésteres de ácido ftálico especialmente apropiados, se evitan o se reducen fuertemente precipitaciones visibles de oligómeros y la abrasión de los oligómeros.

En la fabricación de fibras de poliéster se originan normalmente oligómeros que en más del 90 % en peso están constituidos por el trímero cíclico. En la tinción en condiciones de alta temperatura (por ejemplo, a 110 - 140° C) los oligómeros emigran a la superficie de las fibras o al baño tintóreo y cristalizan sobre todo con el enfriamiento, depositándose entonces en parte todavía más sobre la superficie de las fibras y en parte en las paredes de la instalación. Dado que los oligómeros sólo son insuficientemente tingibles, quedan como cristales visibles sobre la superficie de las fibras. En consecuencia, se producen dificultades para la elaboración ulterior de las fibras por ejemplo en la hilatura, el torcimiento, el tundido, el tricotaje y el tisaje, por cuanto los cristales adheridos a la superficie de las fibras aumentan la resistencia al frote y ocasionan roturas de hilos, por ejemplo. Asimismo, las fibras teñidas a temperatura alta presentan abrasión elevada, que se hace notar muy desagradable-

mente (polvo, depositaciones) en todos los sitios en que las fibras entran en contacto con dispositivos de cambio de dirección, o sea cuando son esforzadas mecánicamente.

5.

Según la DT-OS 2.403.859, las precipitaciones de oligómeros pueden evitarse en la tinción de fibras de poliéster por encima de 130°C si la tinción se efectúa en presencia de ésteres dobles de ácido ftálico con monoalcoholes alifáticos y aralifáticos que contengan de 6 a 10 átomos de carbono. Sin embargo, las fibras teñidas con empleo de estos ésteres manifiestan una facilidad de ensuciamiento muy alta, especialmente con la suciedad seca.

10.

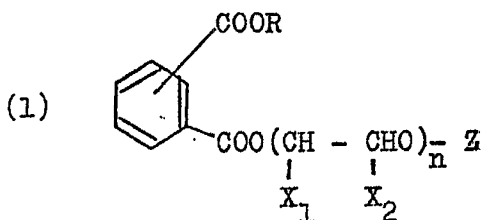
15.

Ahora se han descubierto ésteres apropiados de ácido ftálico que al mismo tiempo superan los problemas citados de los oligómeros e influyen menos negativamente en el comportamiento frente a la suciedad.

20.

Este invento atañe por lo tanto a un procedimiento para la tinción o el tratamiento posterior de las fibras de poliéster en presencia de ésteres de ácido ftálico, el cual se caracteriza por emplearse durante la tinción o después de ella un éster de ácido ftálico de la fórmula

25.



en la que

R significa alquilo o alquenilo, ambos con 6 a 22 átomos de carbono y preferentemente 12 a 18 átomos de carbono,

5. de los símbolos

X_1 y X_2 uno es hidrógeno o metilo y el otro es hidrógeno,

Z significa hidrógeno o alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, en particular metilo

10. o etilo, y

n significa 1 a 4, preferentemente 2 ó 3.

Se prefiere la aplicación de los ésteres de ácido ftálico de la fórmula (1) durante la tinción de las fibras de poliéster.

15. El grupo de éster -COOR puede hallarse en posición orto, meta o para. De preferencia se halla en posición orto y forma por tanto el diéster de ácido o-ftálico. Sin embargo, tienen también gran importancia práctica los diésteres respectivos de ácido tereftálico.

20. De preferencia, en la fórmula (1) R significa alquilo con 8 a 22 átomos de carbono, particularmente 12 a 18 átomos de carbono, y X_1 y X_2 significan cada uno hidrógeno. Z es sobre todo hidrógeno.

25. Cuando R significa alquilo, se trata de radicales como, por ejemplo, n-hexilo, n-octilo, 2-etilhexilo, n-decilo, n-dodecilo, miristilo, n-hexadecilo, n-heptadecilo, n-octadecilo o behenilo. En

concepto de radicales alquénílicos para R entran en cuenta, por ejemplo, decenilo, dodecenilo, hexadecenilo u oleílo.

5. Los ésteres de la fórmula (1) empleados según este invento son en parte conocidos como materias y pueden sintetizarse por procedimientos ya de sí conocidos. Por ejemplo, la síntesis puede efectuarse haciendo reaccionar en cualquier orden de sucesión ácido ortoftálico, isoftálico o tereftálico, o en particular anhídrido ftálico, con alcoholes de la fórmula

10.



y dioles, eventualmente monoeterificados, de la fórmula



donde

R, X₁, X₂, Z y n tienen el mismo significado que antes.

20. Si se emplea anhídrido ftálico, la esterificación se efectúa con ventaja por etapas. En tal caso es conveniente hacer reaccionar primeramente el monoalcohol R-OH y luego el diol de la fórmula (3).

Pueden emplearse tanto alcoholes individuales de las fórmulas (2) y (3) como mezclas de ellos.

25. En el caso de los alcoholes alifáticos superiores de la fórmula (2) se trata, por ejemplo,

de monoalcoholes alifáticos insolubles en agua, preferentemente con 8 a 22 átomos de carbono. Estos alcoholes pueden ser saturados o insaturados y ramificados o lineales y pueden utilizarse solos o en mezcla.

5. Pueden emplearse alcoholes alifáticos naturales, como por ejemplo alcohol laurílico, mirístico, cetílico, oleílico, estearílico, araquílico o behenílico, o alcoholes alifáticos sintéticos, como en particular 2-etilhexanol, y asimismo el trimetilhexanol, el alcohol trimetilnonílico, el alcohol hexadecílico o los alfoles. En el caso de los alfoles se trata de alcanoles primarios lineales. El número que sigue al nombre indica el número medio de carbonos del alcohol. Algunos representantes de estos alfoles son alfol (8-10), (10-14), (16-18) y (20-22).

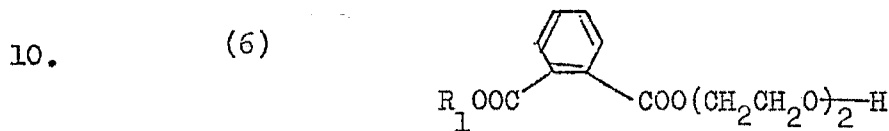
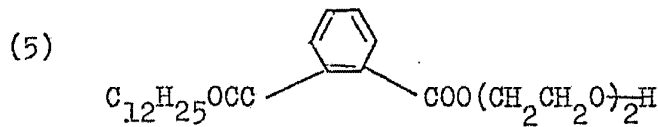
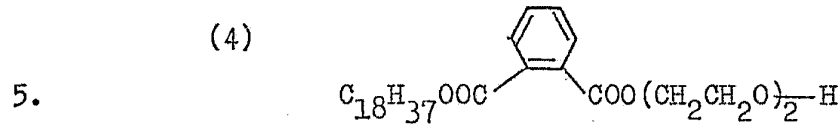
15. Se emplean de preferencia alcanoles con 12 a 18 átomos de carbono. Como tales han dado buen resultado en especial el alcohol estearílico y el alfol (10-14).

20. Como dioles de la fórmula (3) entran en cuenta especialmente el etilenglicol, el 1,2-propilenglicol, el dietilenglicol o el oligoetilenglicol con peso molecular medio de 150 a 194. Se prefiere el dietilenglicol. También pueden emplearse con buen resultado éteres monoalquílicos de C_1-C_4 de los dioles de la fórmula (3), en particular los éteres monometílico o etílico de etilenglicol y monometílico o monoetílico de dietilenglicol.

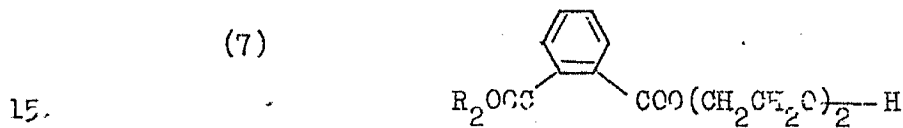
- La esterificación del ácido ftálico con los alcoholes de las fórmulas (2) y (3) se efectúa convenientemente sin disolvente o en un disolvente que sea inerte para los componentes de la reacción,
5. como por ejemplo benceno, tolueno, clorobenceno o nitrobenceno, de preferencia a temperatura de 80 a 120° C, en cuyo caso puede excluirse por destilación aceotrópica el agua de condensación. Para la catálisis de esta esterificación pueden añadirse cantidades
10. catalíticas de ácidos fuertes, como por ejemplo de ácido sulfúrico o de ácido p-toluensulfónico, como catalizadores de ácido.

- Los ésteres de ácido ftálico utilizables según este invento son según la composición, o sea
15. según la relación de grupos hidrófilos a grupos lipófilos, solubles o emulgibles. Normalmente es posible preparar soluciones o emulsiones acuosas al 30 a 60 % en peso. Las emulsiones pueden contener aditivos usuales, como por ejemplo emulgentes o humectantes. Emulgentes
20. idóneos son, por ejemplo, los ésteres ácidos, como los ésteres de ácido fosfórico o en especial los ésteres de ácido sulfúrico de los productos de adición de 2 a 12 moles de óxido de etileno y/o de óxido de propileno a alcoholes con 8 a 22 átomos de carbono, a fenilfenoles
25. o en particular a alquifenoles con 4 a 16 átomos de carbono en la porción alquílica. Estos pueden hallarse como ácidos libres o, en especial, como sales de amonio o de metal alcalino.

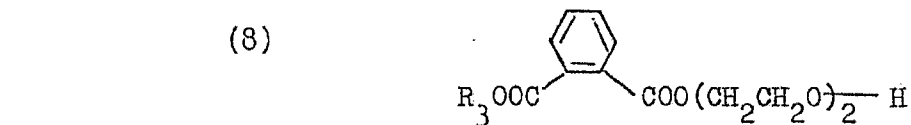
Representantes típicos de los ésteres de ácido ftálico que cabe emplear según este invento corresponden a las fórmulas



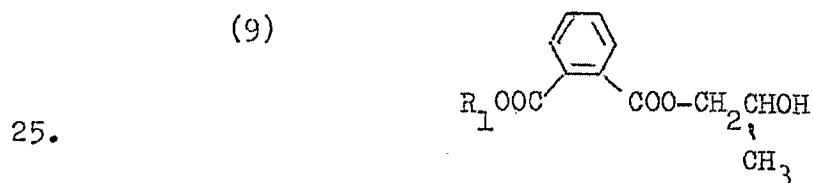
R₁ = radical del alfol 16-18.



R₂ = radical del alfol

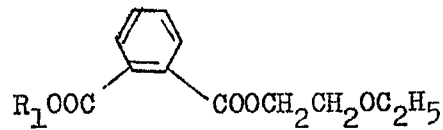


R₃ = radical de la mezcla de 80% en peso de alfol 16-18 y 20% en peso de alfol 10-14.



R₁ = radical del alfol 10-14

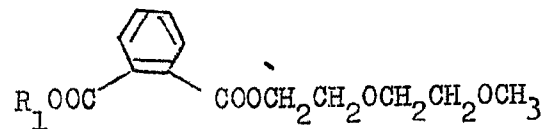
(10)



R₁ = radical del alcohol 10-14

5.

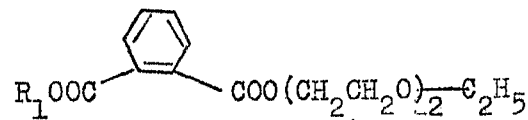
(11)



R₁ = radical del alcohol 10-14

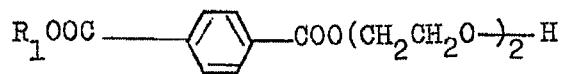
10.

(12)



R₁ = radical del alcohol

(13)



R₁ = radical del alcohol 10-14

15.

Las cantidades utilizadas de los ésteres de ácido ftálico oscilan de conveniencia, según este invento, entre 0,1 y 5 g, y preferentemente 1 a 3 g, por litro del baño acuoso de tinción o de tratamiento ulterior.

20.

En calidad de material de poliéster entra en cuenta particularmente material de fibra a base de poliésteres lineales, que se obtienen por ejemplo mediante policondensación de ácido tereftálico con etilenglicol o de ácido isoftálico o tereftálico con 1,4-bis-(hidroximetil)-ciclohexano; o polímeros mixtos a base

25.

de ácido tereftálico e isoftálico y etilenglicol. Se prefieren las fibras de tereftalato de polietileno.

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

10. El material de fibra puede hallarse además en los más diversos estadios de elaboración; por ejemplo, en forma de copos, tow, filamentos, género de malla (como género en piezas o género de punto), vellón de fibra o tejido.

15. Los materiales de fibra de poliéster se tiñen convenientemente con colorantes de dispersión. En concepto de colorantes de dispersión entran en cuenta para este procedimiento los colorantes de difícil solubilidad en agua conocidos para la tinción de materiales de fibra a base de poliésteres lineales, que normalmente carecen de grupos hidrosolubilizantes y se hallan en el baño tintóreo en forma de una dispersión fina.
- 20.

25. Estos colorantes pueden pertenecer a las más diversas clases; por ejemplo, a los colorantes acridónicos, los nitro, los metínicos y polimetínicos, los estirílicos y azoestirílicos, los xanténicos, los oxacínicos, los perinónicos, los aminonaftoquinónicos, los cumarínicos y en particular los antraquinónicos y los azoicos, como los monoazoicos y los disazoicos.

También pueden utilizarse mezclas de tales colorantes.

5. Los ésteres de ácido ftálico usados según este invento pueden aplicarse asimismo para la matización de la blancura, con aclaradores ópticos difícilmente solubles en agua, de los materiales de fibra de poliéster no teñidos.

10. Dichos aclaradores pueden pertenecer a cualquier clase. Particularmente se trata de aclaradores ópticos de la serie cumarínica, benzocumarínica, piracínica, pirazolínica, oxacínica, triazolínica, benzoxazolínica, benzofuránica, bencimidazolínica o naftalimídica.

15. La cantidad de los colorantes añadidos al baño se orienta según la intensidad de color que se desee; en general se han acreditado cantidades de 0,01 a 10 % en peso respecto al material de fibra incluido.

20. Si se desea, los baños tintóreos contienen también, además de los colorantes y del inhibidor de los oligómeros, un carrier o mezclas de carriers, que actúan como aceleradores de la tinción para las fibras de poliéster. Como carriers que eventualmente pueden emplearse al mismo tiempo cabe señalar, por ejemplo,
25. fenilfenoles, bencilfenoles, policlorobencenos, xilenos, trimetilbencenos, naftalinas, el difenilo, el éter difenílico, el éter dimetildifenílico, los benzoatos de alquilo, los benzoatos de arilo (por ejemplo, ben-

zoato de fenilo y benzoato de 2-etilfenilo), el ftalato de dimetilo, el alcohol bencílico, el mono-, el di- y el tri-clorofenoxietanol o -propanol o el pentaclorofenoxietanol.

5. Los baños tintóreos pueden contener de 0,1 a 10 g por litro, y convenientemente de 0,3 a 5 g por litro, del carrier.

10. Los baños tintóreos pueden contener ácidos minerales (como ácido sulfúrico o fosfórico), ácidos orgánicos, de conveniencia ácidos carboxílicos alifáticos inferiores (como el ácido fórmico, el acético o el oxálico) y/o sales (como acetato de amonio, sulfato de amonio o acetato sódico). Los ácidos sirven sobre todo al ajuste del índice de pH de los baños empleados según este invento, que normalmente es de 4 a 8 y preferentemente de 4,5 a 6,5.

15. Los baños tintóreos pueden contener aún dispersantes, de preferencia aniónicos o no ionógenos. Estos sirven sobre todo para lograr una buena finura de distribución de los colorantes de dispersión. Entran en cuenta los dispersantes que son de uso general en la tinción con colorantes de dispersión.

20. Los baños tintóreos pueden contener además los electrólitos, igualadores, humectantes, plastificantes y desespumantes que son usuales. Eventualmente, el inhibidor de oligómeros puede ser disuelto o emulsionado en agua ya antes de la adición al baño tintóreo

25.

junto con un humectante, por ejemplo junto con una mezcla de un sulfonato de alquilo graso, un éter alquilpoliglicólico graso y un desespumante de silicona o también con ésteres ácidos de aductos de óxido de etileno a alquilfenoles.

5.

Las tinciones se efectúan con ventaja en baño acuoso y por el método de extracción. Se tiñe preferentemente por el procedimiento llamado "de alta temperatura", en equipos cerrados, resistentes a la presión, y a temperaturas superiores a 106° C, de conveniencia entre 110 y 140° C y preferentemente a 125-135° C y bajo presión. Como recipientes cerrados son aptos por ejemplo los aparatos de circulación, como las instalaciones para teñir bobinas cruzadas o enjulios, las tinas de aspa, las máquinas teñidoras de boquillas o de tambor, los paddels y los jiggers.

10.

15.

La relación de líquido puede en consecuencia elegirse dentro de un amplio intervalo; por ejemplo, de 1:4 a 1:100, y preferentemente de 1:10 a 1:50.

20.

El procedimiento puede realizarse tratando primeramente con el inhibidor de oligómeros y eventualmente con el carrier el género para teñir y tiñendo a continuación éste. También se puede proceder tratando simultáneamente el género con el inhibidor de oligómeros, los colorantes y los eventuales agente auxiliares.

25.

De preferencia se introduce el material textil en un baño que contiene el inhibidor de oligómeros y el carrier y que se halla a temperatura de 60

a 80° C. Se trata el material durante 5 a 15 minutos a esta temperatura y luego se añaden los colorantes y se aumenta despacio la temperatura del baño para teñir en el intervalo de los 110 a los 140° C durante 30 a 90, o preferentemente 45 a 60, minutos.

5.

Por último, se enfría el baño hasta unos 70-90° C y como de ordinario se enjuaga y seca el material teñido. Si es necesario, se puede someter la tintura a un lavado reductivo ulterior como es costumbre.

10.

El tratamiento ulterior del material de fibra de poliéster con los ésteres de la fórmula (1) se realiza normalmente a continuación de una tinción de dicho material que ha sido hecha en condiciones de alta temperatura. De preferencia se le realiza a temperatura de 50 a 100° C, por ejemplo, y de preferencia a temperatura de 70 a 90° C.

15.

El tratamiento ulterior puede asociarse ventajosamente con otras operaciones de acabado. Por ejemplo, es posible añadir los ésteres de la fórmula (1) al baño alcalino en que de ordinario se lavan luego reductivamente con hidrosulfito sódico las tinturas de poliéster y efectuar así en una sola fase de trabajo la depuración reductiva y el tratamiento ulterior con el inhibidor de oligómeros.

20.

25.

Valiéndose del procedimiento de este invento se logra en la tinción a alta temperatura de

fibras de poliéster obtener de manera sencilla tinturas uniformes y al mismo tiempo evitar las depositaciones de oligómeros tanto sobre el género textil como en los aparatos de teñir. Además, los ésteres de ácido ftálico empleados según este invento menoscaban muy poco el comportamiento del género de fibra respecto al ensuciamiento. La acción de los ésteres de ácido ftálico de la fórmula (1) se basa en que los oligómeros son en parte emulsionados, pero en parte ligados a la fibra.

10. Las fibras teñidas según este invento se distinguen además por menor abrasión. La evitación de la abrasión o de las depositaciones de oligómeros se puede demostrar al rebobinar el filamento teñido haciéndolo pasar por la ranura de un cartón negro rígido. Se retienen así los oligómeros adheridos a la superficie del filamento. A base de la extensión y la densidad de la mancha blanca que se obtiene, se juzga luego visualmente el contenido de oligómeros. No obstante, la cantidad de los oligómeros puede determinarse también por gravimetría.

20. Los filamentos de fibra de poliéster teñidos o tratados por el procedimiento de este invento pueden también ser mejor torcidos. En particular, disminuye el número de roturas de hilo, por lo que aumenta considerablemente el aprovechamiento de la máquina retorcedora. Se manifiestan también ventajas inequívocas en la hilatura, por ejemplo de tow de poliéster,

25.

por cuanto se evita en alto grado la molesta abrasión.

Otra ventaja consiste en que los ésteres de ácido ftálico de la fórmula (1) imparten también acción plastificante y antiestática permanente al material de fibra de poliéster.

5.

En los ejemplos que siguen, las partes y los porcentajes se refieren al peso.

Ejemplo 1

10. En un aparato para teñir enjulios se tiñen, de la manera que a continuación se expone, 100 kg de un género de punto de poliéster que previamente ha sido limpiado en percloroetileno a 60° C:

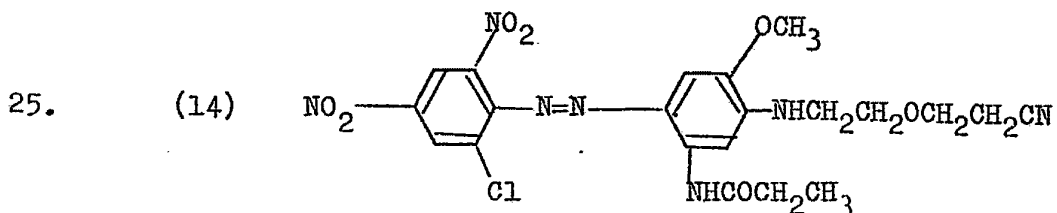
15. En un recipiente de preparación se calientan a 60° C 1500 litros de agua. Se añaden luego a este baño de preparación:

3000 g de sulfato amónico,

200 g de ácido fórmico y

2500 g del éster de ácido ftálico de la fórmula (4).

20. Se bombea este baño de preparación al aparato tintóreo y se le calienta hasta 80° C. Luego se añaden en el aparato tintóreo 6000 g de un carrier de bencilfenol y al cabo de 10 minutos 4000 g de un colorante de la fórmula



Diez minutos después se lleva la temperatura en el curso de 20 minutos hasta 130° C y se tiñe durante 60 minutos a esta temperatura. Después del enfriamiento del baño tintóreo hasta 80° C, se le suelta del aparato tintóreo.

5.

A continuación se somete el tejido como es corriente a un tratamiento reductivo ulterior (baño acuoso que contiene hidrosulfito sódico y está alcalinizado con hidróxido sódico) a 75° C, durante 20 minutos. Luego se enjuaga el tejido y se le seca.

10.

Se obtiene una tñtura azul uniforme que no presenta depositación de oligómeros.

En cambio, si se tiñe de la misma manera, pero sin adición del éster de ácido ftálico de la fórmula (4), son visibles depositaciones inequívocas de oligómeros.

15.

El éster de ácido ftálico de la fórmula (4) puede componerse así:

Agitando y haciendo pasar nitrógeno por encima, se funden a 100° C 81 g de alcohol estearílico. Luego se añaden en porciones durante 20 minutos 44,4 g de anhídrido ftálico de modo que cada vez se produzca una fusión límpida. Se mantiene la fusión a 100° C durante 4 horas y después de añadir 100 g de tolueno, 31,8 g de dietilenglicol y 0,4 g de ácido sulfúrico se lleva la solución resultante a ebullición. Se separan

20.

25.

- entonces por destilación aceotrópica durante 5 horas
5,8 g de agua. A continuación se enfría la solución
hasta la temperatura del ambiente, se la trata con
4 g de carbonato sódico y se la agita durante 20 mi-
5. nutos. Se separa la sal por filtración y del filtrado
se excluye el disolvente por destilación en vacío. Que-
dan como residuo 152 g del éster de ácido ftálico de
la fórmula (4) en forma de un aceite de color amarillo
claro, que con el reposo toma la consistencia de una
10. pasta.

Ejemplo 2

En un aparato para teñir bobinas cruzadas
se tiñen de la manera que a continuación se expone 100
kg de hilo de poliéster en forma de muff:

15. En un recipiente de preparación se calientan
a 60° C 1300 litros de agua. A esta baño de preparación
se añaden:

- 2600 g de sulfato amónico,
200 g de ácido fórmico (al 85 %),
20. 2000 g del éster de ácido ftálico de la fórmula
(5) y
2000 g de emulsión al 40 % de triclorobenceno.

25. Se bombea este baño de preparación al apa-
rato tintóreo y periódicamente se conmuta la circulación
del baño de manera que durante 2 minutos vaya del inte-
rior del muff al exterior del muff y luego durante 3
minutos vaya en sentido opuesto. Al cabo de 15 minutos

Ejemplo 1, pero con empleo de 55,8 g de alcohol laurílico en lugar del alcohol estearílico que allí se ha indicado. Se obtienen 128 g de un aceite de color amarillo claro.

5.

Ejemplo 3

Si en los Ejemplos 1 ó 2 se reemplaza el éster de ácido ftálico de la fórmula (4) o respectivamente (5) indicado en cada uno de ellos por la cantidad doble de un preparado constituido por:

10.

47 partes del éster de ácido ftálico de la fórmula (6),

3 partes de la sal amónica del éster ácido de ácido fosfórico del producto de adición de 9 moles de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol y

15.

50 partes de agua

y se procede en lo demás tal como se ha expuesto en el Ejemplo 1 o respectivamente 2, se obtienen igualmente tinturas azules iguales que no presentan deposición de oligómeros.

20.

Ejemplo 4

Si en el Ejemplo 1 o el 2 se reemplaza el éster de ácido ftálico de la fórmula (4) o respectivamente (5) indicado allí por la cantidad doble de un preparado constituido por:

25.

- 40 partes del éster de ácido ftálico de la fórmula (6),
- 10 partes de la sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol (al 40 %) y
5. 50 partes de agua

y se procede en lo demás tal como se ha expuesto en el Ejemplo 1 o respectivamente 2, se obtienen igualmente tinturas azules iguales que no presentan deposición de oligómeros.

10.

Ejemplo 5

- Si en el Ejemplo 1 o el 2 se reemplaza el éster de ácido ftálico de la fórmula (4) o respectivamente (5) allí indicado por la misma cantidad de un éster de ácido ftálico de la fórmula (9), (10), (11), (12) o (13) y se procede en lo demás tal como se ha expuesto en el Ejemplo 1 o respectivamente 2, se obtienen igualmente tinturas azules iguales que no presentan depositación de oligómeros.
- 15.
- 20.

Los ésteres de ácido ftálico de las fórmulas (9) a (12) pueden obtenerse según la receta de preparación del Ejemplo 3, pero con empleo en cada caso de:

- 22,8 g de propilenglicol,
25. 27 g de éter monoetílico de etilenglicol,
- 36 g de éter monometílico de dietilenglicol
- o respectivamente

40,2 g de éster monoetílico de dietilenglicol, en lugar del dietilenglicol que en dicha receta se indica.

5. El éster de ácido ftálico de la fórmula (13) puede componerse de la manera siguiente:

Con agitación y haciendo pasar por encima nitrógeno, se calientan a 170° C:

10. 58,2 g de tereftalato de dimetilo,
57 g de alfol 1014,
31,8 g de dietilenglicol,
0,08 g de acetato cálcico anhidro y
0,16 g de trióxido de antimonio.

15. A continuación se excluyen por destilación a temperatura de 170 a 200° C en el curso de 11 horas 20 cc de metanol. Después del enfriamiento se obtienen 128 g de una pasta incolora que contiene 91 % del compuesto de la fórmula (13).

Ejemplo 6

20. En un baño fresco se someten a tratamiento ulterior a 70° C durante 20 minutos con

3000 g del éster de ácido ftálico de la fórmula (4)

25. 100 kg de tejido de poliéster que ha sido teñido de la manera descrita en el Ejemplo 1, pero sin empleo del éster de ácido ftálico de la fórmula (4). La relación

de líquido del baño es de 1:15. Después del tratamiento se enjuaga el tejido y se le seca. Se obtiene otra vez una tintura azul que no presenta depositación de oligómeros.

5.

Ejemplo 7

Se someten a tratamiento ulterior con un baño que contiene

5 g/litro de solución de hidróxido sódico (al 30 %),

10.

3 g/litro de hidrosulfito sódico,

1 g/litro del aducto de 1 mol de octadecil-dietil-entriamina y 18 moles de óxido de etileno y

3000 g del éster de ácido ftálico de la fórmula

15.

(5)

100 kg de tejido de poliéster que ha sido teñido tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, pero sin empleo del éster de ácido ftálico de la fórmula (4). La relación de líquido del baño es de 1:15. Se obtiene igualmente una tintura azul que no presenta depositación de oligómeros.

20.

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se deelarán nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

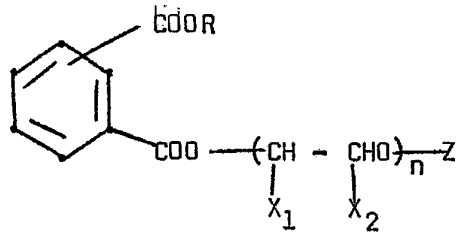
REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

5. 1. Procedimiento para la tinción o el tratamiento ulterior de fibras de poliéster, en presencia de ésteres de ácido ftálico para evitar la deposición de oligómeros o la abrasión de los mismos, caracterizado porque las citadas fibras se tratan, durante la tinción o después de ella, con un baño acuoso, a pH 4 a 8 y preferentemente 4,5 a 6,5, que contiene 0,1 a 5 g por litro, y preferentemente 1 a 3 g por litro, de un éster de ácido ftálico de la fórmula general

15.

(1)



en la que

20.

R significa alquilo o alquenilo con 6 a 22 átomos de carbono, de los símbolos

X₁ y X₂ uno significa hidrógeno o metilo y el otro significa hidrógeno,

25.

Z significa hidrógeno o alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y preferentemente es hidrógeno,

n significa 1 a 4, y

el grupo éster-COOR se halla en posición m- o p- o preferentemente orto- efectuándose la tinción preferentemente con un

colorante de dispersión, según el método de extracción y a una temperatura preferentemente entre 110° y 140°C, o bien en el tratamiento ulterior a la tinción se realiza el mismo con una depuración preferentemente reductiva convencional de las fibras de poliéster teñidas, a una temperatura de 50° a 100°C.

5.

2. Procedimiento, según la reivindicación anterior, caracterizado porque, en una realización preferente del mismo, participa en el tratamiento un éster de ácido ftálico de la fórmula general (1) en la que R es alquilo con 8 a 22 átomos de carbono, y en particular 12 a 18 átomos de carbono, mientras que X₁ y X₂ son cada uno hidrógeno.

10.

3. Procedimiento para la tinción o el tratamiento ulterior de fibras de poliéster.

15.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 25 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 AGO. 1979
p.a

~~MANUEL IBERN~~
E. P.
~~[Signature]~~
Firmado: JESUS PICAZO