

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

②

N° 81 20114

⑤④ Nouveau procédé de teinture de substrats cellulosiques.

⑤① Classification internationale (Int. Cl.³). D 06 P 1/38, 3/66, 3/84.

②② Date de dépôt..... 23 octobre 1981.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : RFA, 30 octobre 1980, n° P 30 40 832.3 et P 30 40 833.4.

④① Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 18 du 7-5-1982.

⑦① Déposant : Société dite : SANDOZ SA, société par actions, résidant en Suisse.

⑦② Invention de : Max Perrig.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Sandoz Huningue SA,
avenue de Bâle, B.P. 29, 68330 Huningue.

La présente invention a pour objet un procédé de teinture avec des colorants réactifs, soit seuls, soit en association avec des colorants de dispersion.

On teint normalement les substrats cellulosi-
5 ques tels que le coton avec des colorants réactifs sous des conditions fortement alcalines. Lorsqu'on opère sous des conditions faiblement alcalines ou neutres, comme cela est par exemple nécessaire lorsqu'on teint des tissus mixtes de coton et de polyester selon un procédé en bain
10 unique avec un mélange de colorants réactifs et de colorants de dispersion sensibles aux alcalis, le taux de fixation du colorant réactif sur les fibres de coton est fortement réduit et, afin d'obtenir un rendement acceptable, il est nécessaire d'utiliser de grandes quantités de sel
15 (par exemple de 100-200 g/litre). Il est difficile de travailler à de telles concentrations de sels avec la plupart des machines de teinture.

En poursuivant ses recherches, la demanderesse a maintenant trouvé qu'il est possible de teindre le
20 coton sous des conditions faiblement alcalines à 60-80° avec des colorants réactifs réagissant à froid, dans un bain de teinture contenant de 0,2 à 1 g/litre de carbonate de sodium calciné. Dans ce nouveau procédé, les quantités de sels utilisées sont faibles, permettant de
25 ce fait d'utiliser sans problèmes les machines modernes pour la teinture en pièces et les appareils de teinture à circulation.

La présente invention concerne donc en particulier un procédé de teinture de substrats constitués, en totalité ou en partie, de fibres de coton avec un colo-
30 rant réactif contenant un groupe réactif dérivé de la fluorochloropyrimidine, monofluorotriazine, dichlorotriazine, dichloroquinoxaline ou méthylsulfochlorométhylpyrimidine, procédé selon lequel on teint à une température de 60-80°, avec un bain de teinture contenant de 0,2 à
35 1 g/litre de carbonate de sodium et de 20 à 60 g/litre de sel.

La quantité de carbonate de sodium indiquée correspond au poids de carbonate de sodium calciné et serait plus élevé en conséquence, si l'on utilisait du carbonate de sodium hydraté. Par "sel", on entend tout sel neutre généralement utilisé lors de la teinture avec des colorants réactifs pour augmenter le rendement, de préférence du sulfate de sodium ou du chlorure de sodium. On utilise généralement de 0,4 à 0,6 g/litre de carbonate de sodium et de 40 à 60 g/litre de sel. Le sel préféré est le chlorure de sodium.

Les conditions sous lesquelles est effectuée cette teinture de fibres de coton avec des colorants réactifs, peuvent également être utilisées pour la teinture en bain unique des matières mixtes coton/polyester avec un mélange de colorants réactifs et de dispersion. Après la fixation du colorant réactif selon le procédé de l'invention, on fixe le colorant de dispersion soit en élevant la température à 130° sous pression, soit par ébullition en présence d'un véhiculeur. Etant donné que de nombreux colorants de dispersion sont instables, même en milieu faiblement alcalin à température élevée, il est recommandé d'ajuster le pH du bain de teinture à 4,5-6 avant d'élever la température.

Plus particulièrement, l'invention concerne un procédé pour la teinture en bain unique d'un substrat comprenant un mélange de fibres de coton et de polyester, avec un mélange d'un colorant réactif comportant un groupe fluorochloropyrimidinyle, monofluorotriazinyle, dichlorotriazinyle, dichloroquinoxalinyle ou méthylsulfochlorométhylpyrimidinyle réactifs et d'un colorant de dispersion stable à pH 8 et à 130°, caractérisé en ce que le bain de teinture contient, outre les colorants, de 0,2 à 1 g/litre de carbonate de sodium et de 20 à 60 g/litre de sel, la température de ce bain étant maintenue à 60-80° jusqu'à ce que le colorant réactif soit fixé puis chauffé à 110-130° ou chauffé en présence d'un

véhiculeur de colorants de dispersion à 98-104° jusqu'à ce que le colorant de dispersion soit fixé.

On maintient de préférence la température du bain à 60-80° pendant 10 à 20 minutes, puis pendant 5 10 à 60 minutes à 110-130° ou bien, en présence d'un véhiculeur, pendant 30 à 60 minutes à 98-104°. L'élévation de la température initiale de 20-40° à 60-80° se fait de préférence sur une période de 10-60 minutes; il en va de même pour la deuxième étape de chauffage où l'on 10 passe de 60-80° à 110-130° ou à 98-104°. La quantité de sel utilisée est de préférence de 30 à 60 g/litre en particulier de 40 à 60 g/litre, le sel préféré étant le chlorure de sodium. Le bain de teinture contient de préférence de 0,4 à 0,6 g/litre de carbonate de sodium.

15 Le bain de teinture peut également contenir les auxiliaires habituels, par exemple des agents de dispersion, des lubrifiants etc., dans les proportions usuelles. Lorsqu'on utilise un véhiculeur, il peut s'agir d'un véhiculeur quelconque connu, mis en jeu en 20 des quantités habituelles. Il est avantageux d'ajouter du méta-nitrobenzènesulfonate de sodium en bain de teinture afin de prévenir la réduction du colorant réactif.

Les colorants de dispersion stables à pH 8 et à une température allant jusqu'à 130° sont connus; comme 25 exemples, on peut citer les colorants C.I. Disperse Yellow 23 et 50, C.I. Disperse Orange 96, C.I. Disperse Red 43, 121 et 210, C.I. Disperse Blue 183 et autres composés analogues.

selon une variante préférée de l'invention, on 30 teint en bain unique un substrat composé d'un mélange de coton et de polyester avec un mélange d'un colorant réactif comportant un groupe fluorochloropyrimidinyle, mono-fluorotriazinyle, dichlorotriazinyle, dichloroquinoxali-nyle ou méthylsulfochlorométhylpyrimidinyle réactifs et 35 d'un colorant de dispersion, avec un bain de teinture contenant, outre les colorants, de 0,2 à 1 g/litre de

carbonate de sodium et de 20 à 60 g/litre de sel, ce bain étant maintenu à une température de 60-80° jusqu'à la fixation du colorant réactif, puis ajusté à un pH de 4,5 à 6 et soit chauffé à 110-130°, soit chauffé en présence d'un véhiculeur de colorants de dispersion à 98-104°, jusqu'à ce que le colorant de dispersion soit fixé.

On peut ajuster le pH par addition d'un acide minéral, par exemple l'acide sulfurique; de préférence toutefois, on utilise un acide organique, en particulier l'acide formique ou acétique.

La durée du chauffage et les quantités préférées de carbonate de sodium et de sel sont les mêmes que celles indiquées ci-dessus pour le procédé ne comprenant pas d'ajustement du pH. On peut utiliser les mêmes agents auxiliaires habituels y compris le véhiculeur et le méta-nitrobenzènesulfonate de sodium.

Pour cette variante préférée du procédé de l'invention, il n'est pas nécessaire de choisir des colorants de dispersion stables sous des conditions alcalines; il est possible d'utiliser un colorant de dispersion quelconque.

Les colorants réactifs utilisés de préférence pour le procédé de l'invention sont ceux possédant un groupe fluorochloropyrimidinyle réactif, par exemple les colorants C.I. Reactive Yellow 25, 64, 111 et 125, C.I. Reactive Orange 69, C.I. Reactive Red 123, 147, 159 et 171, C.I. Reactive Blue 113, 114, 116, 120, 170 et 178, C.I. Reactive Violet 23 et 33, et C.I. Reactive Green 21.

L'invention comprend par ailleurs les substrats constitués, en totalité ou en partie, de fibres de coton qui ont été teints selon le nouveau procédé de teinture.

Les exemples suivants illustrent la présente invention sans aucunement en limiter la portée. Les parties s'entendent en poids et les températures sont toutes indiquées en degrés Celsius.

Exemple 1

Dans un bain de teinture contenant 1000 parties d'eau à 30°, on introduit 100 parties d'un tissu mixte de coton et de polyester (55/45), puis on ajoute les produits suivants:

- 1 partie d'un agent de dispersion non-ionique habituel,
- 50 parties de chlorure de sodium,
- 0,5 partie de carbonate de sodium calciné,
- 10 2,5 parties du colorant C.I. Reactive Blue 178, et
- 0,85 partie du colorant C.I. Disperse Blue 183.

Après avoir agité le bain pendant 10 minutes à 30°, on le chauffe à 80° en l'espace de 50 minutes; après avoir maintenu ce bain à 80° pendant 10 minutes, 15 on le chauffe à 130° en l'espace de 60 minutes et on le maintient à cette température pendant 30 minutes. Après savonnage et rinçage, on obtient une teinture bleu intense unie.

Exemple 2

20 Dans un bain de teinture contenant 1000 parties d'eau à 30°, on introduit 100 parties d'un tissu mixte de coton et de polyester (65/35) puis on y ajoute les produits suivants, dans l'ordre indiqué:

- 2 parties de méta-nitrobenzènesulfonate de sodium,
- 25 2 parties d'un agent de dispersion non-ionique habituel,
- 1 partie d'un lubrifiant habituel pour tissus,
- 40 parties de chlorure de sodium,
- 0,5 partie de carbonate de sodium calciné,
- 30 0,4 partie du colorant C.I. Reactive Red 147,
- 1,4 partie du colorant Reactive Violet 33,
- 0,1 partie du colorant C.I. Disperse Red 53,
- 0,6 partie du colorant C.I. Disperse Violet 27, et
- 0,03 partie du colorant C.I. Disperse Blue 58.

35 Après avoir agité le bain à 30° pendant 15 minutes, on le chauffe à 80° en l'espace de 45 minutes et

on le maintient à cette température pendant 15 minutes.
On ajuste ensuite le pH du bain à 5 par addition d'acide
formique et on y ajoute 4 parties d'un véhiculeur de
colorants de dispersion disponible dans le commerce. Après
5 avoir élevé la température du bain à 104° (à ébullition)
en l'espace de 30 minutes, on continue de teindre à
ébullition pendant 45 minutes. Après savonnage et rinçage,
on obtient une teinture violet rouge brillante.

Exemple 3

10 En procédant comme décrit à l'exemple 2, on
teint le même tissu avec un bain de teinture contenant
les mêmes auxiliaires de teinture, mais on utilise les
colorants suivants:

1,2 partie du colorant C.I. Reactive Blue 114,
15 0,1 partie du colorant C.I. Reactive Blue 116,
0,7 partie du colorant C.I. Disperse Blue 58, et
0,02 partie du colorant C.I. Disperse Blue 183.

Après avoir agité le bain pendant 15 minutes à
30°, on le chauffe à 80° en l'espace de 40 minutes et
20 on le maintient à 80° pendant 15 minutes. On ajuste en-
suite le pH du bain à 5 par addition d'acide formique,
puis on chauffe le bain à 130° en l'espace de 60 minutes
et on le maintient à cette température pendant 30 minutes.
Après savonnage et rinçage, on obtient une teinture bleue
25 brillante.

REVENDEICATIONS

1.- Nouveau procédé pour la teinture de sub-
strats constitués, en totalité ou en partie, de fibres
de coton avec un colorant réactif contenant un groupe
5 réactif dérivé de la fluorochloropyrimidine, monofluoro-
triazine, dichlorotriazine, dichloroquinoxaline ou méthyl-
sulfochlorométhylpyrimidine, procédé selon lequel on
teint à une température de 60-80°, avec un bain de tein-
ture contenant de 0,2 à 1 g/litre de carbonate de sodium
10 et de 20 à 60 g/litre de sel.

2.- Un procédé selon la revendication 1, carac-
térisé en ce qu'on teint en bain unique un substrat com-
prenant un mélange de fibres de coton et de polyester
avec un mélange d'un colorant réactif comportant un
15 groupe fluorochloropyrimidinyle, monofluorotriazinyle,
dichlorotriazinyle, dichloroquinoxalinyle ou méthylsulfo-
chlorométhylpyrimidinyle réactifs et d'un colorant de
dispersion stable à pH 8 et à 130°, le bain de teinture
contenant, outre les colorants, de 0,2 à 1 g/litre de
20 carbonate de sodium et de 20 à 60 g/litre de sel, étant
maintenu à une température de 60-80° jusqu'à ce que le
colorant réactif soit fixé puis chauffé à 110-130° ou
bien chauffé en présence d'un véhiculeur de colorants
de dispersion à 98-104° jusqu'à ce que le colorant de
25 dispersion soit fixé.

3.- Un procédé selon la revendication 1, carac-
térisé en ce qu'on teint en bain unique un substrat com-
posé d'un mélange de fibres de coton et de polyester avec
un mélange d'un colorant réactif comportant un groupe
30 fluorochloropyrimidinyle, monofluorotriazinyle, dichloro-
triazinyle, dichloroquinoxalinyle ou méthylsulfochloro-
méthylpyrimidinyle réactifs et d'un colorant de dispersion,
avec un bain de teinture contenant, outre les colorants,
de 0,2 à 1 g/litre de carbonate de sodium et de 20 à 60
35 g/litre de sel, ce bain étant maintenu à une température
de 60-80° jusqu'à la fixation du colorant réactif, puis

ajusté à un pH de 4,5 à 6 et soit chauffé à 110-130°, soit chauffé en présence d'un véhiculeur de colorant de dispersion à 98-104°, jusqu'à ce que le colorant de dispersion soit fixé.

5 4.- Un procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le pH est ajusté par addition d'acide acétique ou formique.

10 5.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le bain de teinture contient de 40 à 60 g/litre de sel.

6.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le sel est le chlorure de sodium.

15 7.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le bain de teinture contient de 0,4 à 0,6 g/litre de carbonate de sodium.

20 8.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 7, caractérisé en ce que le bain de teinture est chauffé en l'espace de 10 à 60 minutes d'une température de 20-40° à une température de 60-80°, maintenu à 60-80° pendant 10-20 minutes puis porté à la température finale en l'espace de 10 à 60 minutes.

25 9.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 8, caractérisé en ce que le bain est maintenu à une température finale de 110-130° pendant 10-60 minutes.

30 10.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 8, caractérisé en ce que le bain est maintenu à une température finale de 98-104° pendant 30-60 minutes en présence d'un véhiculeur de colorants de dispersion.

35 11.- Un substrat constitué, en totalité ou en partie, de fibres de coton, caractérisé en ce qu'il a été teint selon le procédé spécifié à l'une quelconque des

revendications 1 à 10.

12.- Un substrat mixte de coton et de polyester, caractérisé en ce qu'il a été teint selon le procédé spécifié à l'une quelconque des revendications

5 2 à 10.