

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 498 216

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 01182

(54) Procédé de teinture en colorants réactifs appliqués par épuisement sur fibres cellulosiques, seules ou en mélange avec des fibres synthétiques.

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

(22) Date de dépôt..... 19 janvier 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 29 du 23-7-1982.

(71) Déposant : Société anonyme dite : MANUFACTURE DE PRODUITS CHIMIQUES PROTEX,
résidant en France.

(72) Invention de : Jean Balland.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Germain et Maureau,
le Britannia, Tour C, 20, bd E. Déruelle, 69003 Lyon.

L'invention concerne un procédé de teinture en colorants réactifs appliqués par épuisement sur fibres cellulosiques, seules ou en mélange avec des fibres synthétiques.

5 L'application par épuisement de colorants réactifs sur les fibres cellulosiques, plus particulièrement sur les fibres cellulosiques naturelles, nécessite le plus généralement, tant pour des raisons de rendement, que pour des raisons de vivacité ou de solidités, que la teinture soit effectuée sur une fibre préalablement blanchie et hydrophilisée ; la teinture est donc précédée, dans de très nombreux cas, par un traitement de blanchiment réalisé à l'eau oxygénée.

15 Selon le processus conventionnel, le déroulement d'un procédé de blanchiment puis de teinture comporte actuellement la suite des trois opérations suivantes :

- blanchiment oxydant de la fibre, l'opération étant réalisée en plein bain à une température généralement comprise entre 80 et 90°C ;
- 20 - rinçage soigneux de la matière de façon à éliminer toute trace du composé oxydant ;
- teinture de la fibre avec les colorants réactifs selon le processus conventionnel.

Il apparaît intéressant, pour des raisons économiques, d'essayer de réaliser l'opération de teinture soit dans le bain de blanchiment et en même temps que ce traitement, soit dans le bain de blanchiment mais à la fin de cette opération, de telle façon que l'on puisse notamment éviter les opérations intermédiaires de rinçage et/ou de vidange des bains.

30 Diverses tentatives ont déjà été effectuées, mais en aucun cas ces différents essais n'ont conduit jusqu'à ce jour à des résultats positifs. Il apparaît en effet que la fixation d'un colorant réactif sur une fibre cellulosique est fortement altérée lorsque cette fixation est réalisée en milieu oxydant, notamment en présence d'eau oxygénée, voire de l'eau oxygénée résiduelle pouvant subsister dans le bain

après le déroulement d'un procédé de blanchiment.

La demanderesse a découvert qu'il est possible d'effectuer une teinture en colorants réactifs, avec une excellente fixation, dans le bain de blanchiment lui-même, 5 ou sans procéder à un rinçage intermédiaire, à la fin du blanchiment à l'eau oxygénée si l'on introduit à la fin du processus de blanchiment des composés faiblement réducteurs susceptibles d'annihiler toute influence négative de l'agent oxydant sur le colorant réactif sans pour au- 10 tant produire dans le bain de teinture une action suffisamment réductrice pour altérer tant la fixation que le ren- dement des colorants appliqués.

L'invention a donc pour objet un procédé de teinture en colorants réactifs appliqués par épuisement sur 15 fibres cellulosiques seules ou en mélange avec des fibres synthétiques selon lequel la teinture est réalisée immédiatement après le blanchiment oxydant sans rinçage intermédiaire en présence de thiocomposés.

Ces thiocomposés sont avantageusement choisis parmi 20 les thiosulfates des métaux alcalins ou d'ammonium, la thiourée, les alcoyl-thiourées, telles que la méthyl ou l'éthyl thiourée, les allylthiourées telles que la thiosinamine, les thioglycols tels que le thioglycol, les isothiourées, les sels des métaux alcalins ou d'ammonium de l'acide thio- 25 cyanique tel que le thiocyanate de sodium, les éthers thiocyaniques tel que le thiocyanate d'éthylène.

La quantité de thio-composés à introduire varie naturellement en fonction de la quantité d'agent oxydant résiduel subsistant à la fin du processus de blanchiment ; 30 elle est avantageusement comprise entre 1 et 30 g par litre de bain et de préférence entre 5 et 10 g par litre.

Le procédé selon l'invention peut s'appliquer sur toutes fibres cellulosiques, naturelles ou artificielles, seules ou en mélange avec des fibres synthétiques, et sur 35 toute présentation de ces fibres : fils, tissus, tricots...

Selon l'invention, l'introduction des composés considérés pourra être effectuée dans les bains soit à la fin du processus de blanchiment, avant les colorants, soit en

même temps que les colorants. Il apparaît donc que ce nouveau procédé permet de supprimer toute opération de vidange et de rinçage actuellement nécessaire entre le blanchiment et la teinture de la fibre, ce qui se concrétise par un 5 certain nombre d'avantages parmi lesquels on peut citer : une économie d'eau et de calories importantes, le gain des temps habituels de rinçage et/ou de vidange, une amélioration de la pollution et du traitement des eaux, une amélioration de la productivité.

10 La présente invention sera d'ailleurs mieux comprise à l'aide des exemples suivants qui l'illustrent sans aucunement la limiter.

Exemple 1

A - On traite un article de coton écru, présenté 15 sous la forme de bobines de fil en adoptant le processus suivant :

On réalise tout d'abord le blanchiment de la fibre en traitant cette matière pendant 1 heure à la température de 90°C dans un bain ayant la composition suivante (le rapport de bain entre la fibre et le bain de blanchiment étant 20 de 1 à 10) :

25 4 g/l d'eau oxygénée à 35 %
 4 g/l d'une solution de soude à 300 g/l
 2 g/l de silicate de soude
 1 g/l d'un complexe d'EDTA Mg
 1 g/l d'un produit tensio-actif constitué d'un ester phosphorique oxyéthyléné

30 Après blanchiment, on vide le bain, on rince soigneusement la matière à l'eau froide puis on prépare le bain de teinture de la façon suivante :

35 3 g/l de Bleu réactif référencé dans le Color Index sous la désignation de Reactive Blue 5
 100 g/l de chlorure de sodium
 20 g/l de carbonate de sodium
 On teint la matière dans ce bain pendant 1 heure à température de 70°C, le rapport de bain étant de 1 à 10.
 Après teinture, on procède à un rinçage, puis à un

savonnage soigneux de la matière obtenue.

On obtient un coloris plus brillant, d'intensité moyenne.

5 B - Dans un deuxième essai, effectué dans les mêmes conditions de blanchiment et de teinture, on introduit, directement à la fin du blanchiment et après avoir abaissé la température du bain à 70°C, les trois constituants du bain de teinture, sans procéder à un rinçage intermédiaire.

10 Après teinture, on observe un ternissement très important du coloris, le rendement tinctorial étant en outre très nettement diminué par rapport au précédent essai.

15 C - On reprend les conditions précédentes mais en introduisant, à la fin du processus de blanchiment, 7 g par litre de thiourée.

On abaisse ensuite la température du bain considéré à 70°C, on introduit les composants du bain de teinture et on effectue la teinture dans les conditions précédentes.

20 Après teinture, on obtient un coloris bleu de bonne vivacité et de rendement habituel correspondant parfaitement au coloris précédemment obtenu en A.

Exemple 2

On opère comme dans l'exemple 1 en utilisant, à la place du Reactive Blue 5 les colorants suivants :

25 Reactive Red 4
Reactive Blue 40
Reactive Green 8

Après teinture, on observe comme dans le précédent exemple, une modification importante des coloris de chacune de ces teintures avec une diminution du rendement 30 tinctorial lorsque ces colorants sont introduits à la fin du processus de blanchiment sans rinçage intermédiaire ni addition d'un thio composé selon l'invention ; les caractéristiques tinctoriales sont excellentes lorsque ces colorants sont introduits à la fin du traitement 35 de blanchiment en présence de 7 g/l de thiourée.

Exemple 3

On reprend les conditions de l'exemple 1. On in-

troduit en C après l'opération de blanchiment 10 g/l de thiodiglycol à la place de la thiourée.

Après teinture, on observe les résultats de l'exemple 1, c'est à dire :

- 5 - altération importante du coloris obtenu à la suite de l'essai B,
 - respect total des caractéristiques tinctoriales après introduction de thiodiglycol dans le bain de blanchiment.

10 Exemple 4

On traite un tissu constitué d'un mélange 66/33 de fibres cellulosiques et de fibres de polyester selon les conditions de blanchiment de l'exemple n° 1.

15 A la fin du processus de blanchiment, on refroidit le bain à 70°C puis on introduit, en même temps que les composants du bain de teinture de l'exemple n° 1, 10 g par litre d'éthylène thiourée.

On réalise ensuite la teinture selon le processus décrit dans l'exemple n° 1.

20 Après teinture, on observe également une excellente conformité du coloris réalisé en présence du composé considéré. Comparativement, l'échantillon réalisé sans éthylène thiourée et n'ayant pas été rincé présente un ternissement et une diminution importante de rendement tinctorial.

- REVENDICATIONS -

1 - Procédé de teinture en colorants réactifs appliqués par épuisement sur fibres cellulosiques seules ou en mélange avec des fibres synthétiques, caractérisé en 5 ce que la teinture est réalisée immédiatement après le blanchiment oxydant sans rinçage intermédiaire en présence de thiocomposés.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les thiocomposés sont choisis parmi les thioc-10 sulfates des métaux alcalins ou d'ammonium, la thiourée, les alcoyl-thiourées, telles que la méthyl ou l'éthyl thiourée, les allyl-thiourées telles que la thiosinamine, les thioglycols tel que le thiodiglycol, les isothiourées, les sels des métaux alcalins ou d'ammonium de l'acide thiocya-15 nique tel que le thiocyanate de sodium, les éthers thiocyaniques tel que le thiocyanate d'éthylène.

3 - Procédé selon les revendications 1 et 2 , caractérisé en ce que la quantité de thiocomposés à introduire est comprise entre 1 et 30 g par litre de bain et 20 de préférence entre 5 et 10 g par litre.

4 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la teinture est réalisée dans le bain ayant servi au blanchiment, immédiatement après ce dernier et sans rinçage intermédiaire de la fibre.

25 5 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les thiocomposés sont introduits à la fin du processus de blanchiment avant les composants du bain de teinture.

30 6 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les thiocomposés sont introduits à la fin du processus de blanchiment en même temps que les composants du bain de teinture.

7 - Fibres et articles textiles teints par mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6.